

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
Departamento de Física de Materiales



**ESTUDIO DE PELÍCULAS DELGADAS DE CoP Y
SmCo EN SENSORES MINIATURIZADOS PARA
APLICACIONES ESPACIALES.**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR
PRESENTADA POR

Irene Lucas del Pozo

Bajo la dirección de los doctores

Marina Díaz Michelena
Lucas Pérez García

Madrid, 2010

• ISBN: 978-84-693-1812-6

©Irene Lucas del Pozo, 2009



Área de Cargas Útiles e Instrumentación
Departamento de Programas Espaciales y Ciencias del Espacio
Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial

Departamento de Física de Materiales de la Facultad de Físicas
Universidad Complutense de Madrid

Estudio de películas delgadas de CoP y SmCo en sensores miniaturizados para aplicaciones espaciales

Irene Lucas del Pozo

Tesis Doctoral dirigida por

Dra. Marina Díaz Michelena

Dr. Lucas Pérez García

Octubre 2009

A Francisco y Maria José
A Alicia, Miguel Ángel, Juan José y Natalia
A Joaquín

Decía a menudo que solo había un camino y que era como un río caudaloso; nacía en el umbral de todas las puertas y todos los senderos eran ríos tributarios. "Es muy peligroso, Frodo, cruzar la puerta", solía decirme. "Vas hacia el Camino, y si no cuidas tus pasos no sabes hacia donde te arrastrarán".

Frodo citando a Bilbo. El señor de los Anillos.

J. R. R. Tolkien (1982-1973) *Escritor, poeta y filólogo.*

Comencé mis estudios de doctorado en el *Grupo de Dispositivos Magnéticos* del *Departamento de Física de Materiales* de la UCM gracias al apoyo del que ahora es mi director de tesis. Si no hubiese sido por Lucas no existiría esta tesis ni mi vocación por la investigación. Ha sido él quien me ha enseñado a disfrutar de la ciencia y a no rendirme si se quiere conseguir algo. Muchísimas gracias Lucas: esta tesis te la debo en mucha parte a ti. Por supuesto no puedo olvidarme de la persona que me dio la confianza y la oportunidad de comenzar a trabajar en el departamento. Muchas gracias por todo Mari Carmen, no podría haberlo hecho sin tu ayuda. Durante los años que estuve trabajando en el departamento de *Física de Materiales* tuve compañeros estupendos y conocí gente que a día de hoy se han convertido en verdaderos amigos, gracias Miguel (aunque intentases electrocutarme me sigues cayendo bien), David Maestre, Pilar, Rocío Cortés, Violeta, David Ciudad, Oscar de Abril, Rocío Ranchal (siempre recordaré nuestras conversaciones en el despacho con espía incluido), Giorgio (gracias por estar ahí siempre italianini), y como no... mi desgracia permanente...gracias Manu por ser como eres: si no nos odiáramos tanto estos años de tesis no habrían sido lo mismo. Tengo mucho que agradecer al resto de los integrantes del *Grupo de Dispositivos Magnéticos*, tanto de la facultad de Físicas como de la Escuela Superior de Ingeniería de Telecomunicaciones: Eloisa, Claudio, Pedro, Marco, Jose. Muchas gracias por vuestro apoyo, siempre he podido recurrir a vosotros sin problemas.

El segundo paso en mi vida científica me llevó al *Laboratorio de Optoelectrónica* perteneciente al *Área del Cargas Útiles* del *Departamento de Programas Espaciales y Ciencias del Espacio* del INTA, donde gracias al disfrute de una beca Calvo Rodés, he podido trabajar en la segunda parte del desarrollo de esta tesis. En primer lugar

tengo que agradecer especialmente a mi directora de tesis, Marina, el apoyo que me ha mostrado durante estos años y sus peleas constantes por que se respetase mi tiempo destinado a la tesis, además de que siempre me haya ayudado, hipotecando mucha parte de su tiempo libre. En segundo lugar tengo que agradecer a Héctor y a Lola el apoyo permanente que me han mostrado y las facilidades que me han dado para trabajar en mi tesis sin problemas, además de la experiencia que supone haber trabajado estos años en un sitio como el INTA y en un laboratorio como el LOE. Durante los años que llevo en el INTA he aprendido mucho y he hecho nuevas amistades. Desde luego estos años de tesis no podrían haber sido lo mismo sin Víctor y Miguel y nuestras conversaciones frikis: muchas gracias por vuestro apoyo y por esas risas tan necesarias de vez en cuando en el despacho. Muchas gracias a todos, a los electrónicos: Charli (Jose Ángel), César, Víctor Apéstigue, Boris, Joaquín, Javi, Ignacio y Wilson (Alberto), a los de óptoelectrónica y radiación: Juanjo, Jaime, Remo, Claudia, Israel, Maite y Carlos. Susana, muchas gracias por ser como eres, siempre tienes una sonrisa que le alegra a uno el día. Rafa, muchas gracias por todo, sin ti no habría sido ni la mitad de divertido, sobre todo por esos bailes a Susana los viernes, son cosas inolvidables. Y gracias a Chelo, Raquel y Loli que me habeis ayudado siempre con todo lo que estaba en vuestra mano.

Me gustaría también agradecer su ayuda a los integrantes del *Departamento de Micro y Nano Sistemas* del Instituto de Microelectrónica de Barcelona IMB-CNM (CSIC) con los que he tenido el placer de trabajar, en especial a José Antonio Plaza que me ha prestado una gran ayuda en lo referente a las simulaciones realizadas en este trabajo. También a Nora Dempsey, perteneciente al *Grupo de Micro y Nanomagnetismo* del Instituto Neel del CNRS de Grenoble (Francia), por su colaboración en parte del trabajo de crecimiento de materiales.

Trotz der kurzen Zeit in Dresden, hatte ich die Gelegenheit großartige Leute kennenzulernen. Vielen Dank an Prof. Schultz für Ihre Einladung bei IFW zu arbeiten. Christian, Volker, Ajit, Maartje, Andreas, Jörg, Martin, Nils, Ulrike, Cristina, Marietta, jeder hat auf seine Art und Weise meinen Aufenthalt in Deutschland unvergesslich gemacht.

Fuera ya del ámbito académico y profesional, el mayor apoyo lo he recibido de mi familia que siempre ha estado ahí en los momentos difíciles, aguantando el chaparrón. Gracias papá y mamá por apoyar siempre mis decisiones y por creer en mi: si he conseguido esto es gracias a vosotros. Ali, Miguel, Juanjo y Natalia, sois los mejores hermanos que se puede tener. Y no me puedo olvidar de Elena y de Julián. Muchas gracias Abuela Alicia por tu apoyo incondicional. Y como sé que me estarás viendo allí donde estés, muchas gracias Abuelo, siempre me demostraste tu orgullo por mi. Te echo de menos.

Gracias a todo el resto de mi gran familia que me habeis demostrado siempre que estabais dispuestos a ayudarme en lo que hiciera falta: Abuela Irene, mis tios: Lali, Mari Loli, Ramón C (lo de la lenteja gigante no ha salido, pero algún día lo hará), Adela, Ramón R, Juanjo, Sofi y el resto de titos que sois todos geniales. A todos mis primos, en especial a Loli, Tete, Toño, Nieves, Isma, Vane y Elen. Muchas gracias a mi segunda familia, Copo, Moso, Mer y Jacobo, y a Javier.

Gracias a todos mis amigos: Esther y Ángel, gracias por ser mis muy mejores amigos y por ayudarme siempre aunque esto de la física sea para gente rara que está medio loca, y al resto de físicos locos de mi promoción que seguís formando parte de mi vida, Cris, Nuria, Almu, Javi, Rubén, Dani y Marcos, y a los no físicos, Laura, Fer y Pablo.

Para terminar tengo mucho que agradecerle a una de las pesonas más importantes que han pasado por mi vida, gracias Yiyo, si no hubieras formado parte de mi vida nada habría sido lo mismo porque yo no habría sido la misma. Gracias por formar parte de esto aunque haya sido duro en algunos momentos y por el apoyo que me has dado siempre, independientemente de ellos.

Muchísimas Gracias, A todos

Índice

1. Introducción	1
1.1. Objetivos de la tesis doctoral	2
2. Técnicas experimentales	5
2.1. Técnicas de crecimiento: Fabricación	6
2.1.1. Electrodeposición	6
2.1.2. Pulverización catódica o <i>Sputtering</i>	12
2.1.3. Crecimiento por láser pulsado. <i>Pulse Laser Deposition</i> (PLD)	17
2.2. Tratamientos térmicos	18
2.3. Técnicas de caracterización estructural	20
2.3.1. Medidas de composición y topografía: Microscopio electrónico de barrido (SEM:EDS)	20
2.3.2. Medidas de Difracción de Rayos X (XRD)	20
2.3.3. Medidas de espesor.	20
2.4. Técnicas de Caracterización magnética	22
2.4.1. Medida de ciclos de histéresis: Método de inducción	22
2.4.2. Magnetómetro de muestra vibrante (VSM)	24
2.4.3. Observación de dominios magnéticos: Técnica Bitter	25
2.4.4. Medidas dinámicas de imanación	26
2.4.5. Medidas de Magnetostricción	29
2.5. Caracterización de sensores Fluxgate: Medidas de Sensibilidad	30
2.6. Útil de pegado y centrado de imanes	32

I	Sensores fluxgate con núcleo de CoP	33
3.	Introducción	35
4.	Estudio de películas delgadas de CoP	43
4.1.	Electrodeposición a temperatura ambiente	43
4.1.1.	Fabricación de muestras	43
4.1.2.	Influencia de la temperatura de crecimiento	45
4.1.3.	Influencia del pH	48
4.1.4.	Tratamiento térmico	51
4.1.5.	Conclusiones	53
4.2.	Electrodeposición de multicapas de CoP	54
4.2.1.	Fabricación de muestras	54
4.2.2.	Influencia de la frecuencia del campo aplicado	56
4.2.3.	Magnetostricción	63
4.2.4.	Conclusiones	66
5.	Sensores fluxgate	67
5.1.	Fabricación de los sensores	68
5.2.	Caracterización del sensor	70
5.3.	Cálculo teórico	75
5.4.	Conclusiones	85
II	Gradiómetro MANTIS	87
6.	Introducción	89
7.	Desarrollo del dispositivo MANTIS	97
7.1.	Cabeza sensora	98
7.1.1.	Soporte: Membranas	99
7.1.2.	Imanes comerciales de SmCo	99
7.2.	Sistema de excitación magnética: Configuración de las bobinas . . .	100

7.3. Sistema de detección óptica	110
7.4. Prototipos del sistema	114
7.4.1. Prototipo 1	114
7.4.2. Prototipo 2	120
7.4.3. Calibración del sistema: Prototipo 2	121
7.5. Conclusiones	147
8. Crecimiento y caracterización de películas delgadas de SmCo	149
8.1. SmCo crecido por PLD	150
8.1.1. Fabricación de muestras	150
8.1.2. Caracterización estructural y composición	152
8.1.3. Propiedades magnéticas	153
8.2. SmCo crecido mediante <i>sputtering</i>	156
8.2.1. Fabricación de muestras	156
8.2.2. Resultados: Caracterización estructural, composición y propiedades magnéticas	157
8.3. Conclusiones	163
9. Conclusiones Generales y Trabajo Futuro	165
9.1. Conclusiones generales	165
9.1.1. Aleaciones de CoP	165
9.1.2. Sensores fluxgate	166
9.1.3. Gradiómetro MANTIS	167
9.1.4. Aleaciones de SmCo	168
9.2. Trabajo futuro	169
9.2.1. Sensores fluxgate	169
9.2.2. Dispositivo MANTIS	170
A. Centrado de la cabeza sensora y pegamentos: Prototipo 1	173
A.1. Centrado	173
A.2. Pegamentos	177

B. Temperatura	183
C. Centrado de la cabeza sensora: Prototipo 2	191
Referencias	194

Capítulo 1

Introducción

Esta tesis doctoral está centrada en el estudio, desarrollo y optimización de dos sensores de campo magnético para aplicaciones espaciales: un sensor de campo magnético tipo fluxgate, pensado principalmente para medidas en órbita del campo magnético, y un sensor de gradiente de campo magnético o gradiómetro con el objetivo de llevar a cabo medidas magnéticas de la superficie de Marte o de la Luna. Inicialmente este último está orientado a ser embarcado en alguna misión dirigida al planeta Marte, por lo que se le ha bautizado con el nombre de MANTIS (*Martian Tele-Infrared Susceptometer*). En el caso del sensor fluxgate, se estudiarán las propiedades magnéticas de su núcleo y se procederá a caracterizar el sensor resultante, mientras que en el caso del gradiómetro de campo magnético se tratará tanto el diseño como la caracterización de los diferentes prototipos fabricados. Ambos dispositivos de medida, aunque pensados para un objetivo común, como es el de medir el campo magnético o su gradiente, necesitan de materiales muy distintos para su funcionamiento. Tanto el sensor fluxgate, como el gradiómetro de campo magnético se componen, entre otras cosas, de un núcleo o cabeza sensora de un material magnético. Sin embargo, su funcionamiento hace que la naturaleza de dichos núcleos sea magnéticamente muy diferente. El núcleo del sensor fluxgate está formado por CoP que es un material amorfo magnéticamente blando, lo que supone que su imanación cambia dependiendo del campo magnético al que se vea sometido. El

gradiómetro MANTIS por otro lado, está provisto de una cabeza sensora compuesta de un imán comercial o de una película de un material magnético con su imanación claramente definida en una dirección y que no debe cambiar con el campo externo. El material utilizado en este bloque y en el que se ha centrado todo el trabajo realizado respecto al gradiómetro de campo magnético ha sido el SmCo. La razón de la elección de estos materiales, así como sus propiedades y resultados de su aplicación en los diferentes dispositivos, se explicará a lo largo de la memoria.

1.1. Objetivos de la tesis doctoral

La memoria se ha estructurado en dos grandes bloques: un primer bloque que recoge todo el trabajo realizado en relación con el sensor fluxgate y un segundo bloque que trata el trabajo desarrollado acerca del gradiómetro de campo magnético MANTIS. Los objetivos planteados son los siguientes:

1. En relación con los sensores fluxgate con núcleo de CoP
 - Aleaciones de CoP
 - a) Estudiar la viabilidad del crecimiento de películas de CoP utilizando electrolitos a temperatura ambiente.
 - b) Estudiar las propiedades dinámicas de las multicapas de CoP con vistas a su integración como núcleo de un sensor fluxgate.
 - Sensores fluxgate.
 - a) Estudiar la sensibilidad de estos sensores en función del número de capas que forman la multicapa del núcleo magnético.
 - b) Desarrollar un modelo teórico que permita calcular la sensibilidad de este tipo de sensores en función de la frecuencia y de las propiedades de su núcleo.

2. En relación al gradiómetro de campo magnético

- Gradiómetro
 - a) Diseñar y fabricar un dispositivo de medida para el gradiente de campo magnético.
 - b) Caracterizar el dispositivo contrastando la señal de respuesta con los resultados obtenidos mediante programas de simulación.
- Aleaciones de SmCo
 - a) Crecimiento de películas de SmCo para utilizarlas como núcleo de la cabeza sensora del dispositivo de medida.

Esta tesis doctoral consta de una introducción inicial breve de forma que cada uno de los bloques tiene una introducción propia más extensa. Las técnicas experimentales, por ser comunes se encuentran recogidas en el capítulo 2, que es un capítulo previo a los dos bloques principales. El esquema simplificado de la estructura de la tesis, es es siguiente:

- Capítulo 1: Introducción general breve de la tesis
- Capítulo 2: Técnicas experimentales
- **Bloque I**
 - Capítulo 3: Introducción a los sensores fluxgate
 - Capítulo 4: Estudio de películas de CoP
 - Capítulo 5: Fabricación y caracterización del sensor fluxgate

- **Bloque II**

- Capítulo 6: Introducción al gradiómetro MANTIS
- Capítulo 7: Estudio y caracterización de los prototipos fabricados
- Capítulo 8: Crecimiento de películas delgadas de SmCo

- Conclusiones generales y trabajo futuro

- Apéndices

Capítulo 2

Técnicas experimentales

En este capítulo se presentan las diferentes técnicas experimentales utilizadas para la realización de esta tesis doctoral. No se pretende dar una explicación detallada de las mismas, sino describir de manera sencilla cada técnica, dando una visión global de su funcionamiento.

Los experimentos que conforman esta memoria se han realizado principalmente en el *Laboratorio de Optoelectrónica (LOE)* del *Dpto. de Programas Espaciales y Ciencias del Espacio* del *Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA)* de Madrid y en el *Dpto. de Física de Materiales* de la *Universidad Complutense de Madrid (UCM)*. Además, parte del trabajo se ha desarrollado en otros centros e instituciones que se nombran a continuación:

- *Instituto de Sistemas Optoelectrónicos y Microtecnología (ISOM-UPM)* de la *Universidad Politécnica de Madrid*.
- *Dpto. de Micro y Nanosistemas* del *Instituto de Microelectrónica de Barcelona (IMB-CNM)* del CSIC.
- *Group of Magnetic Microstructures: Laboratory of Magnetic Thin Film Development* del *Instituto de Investigación de Estado Sólido y Materiales (IFW-Dresden)* de Dresden (Alemania).

2.1. Técnicas de crecimiento: Fabricación

2.1.1. Electrodeposición

La electrodeposición es una técnica de crecimiento de materiales que data de finales de la década de los años 30, cuando se realizaron los primeros experimentos de electrodeposición. A mediados de los 90, la electrodeposición comienza a considerarse una técnica limpia para la integración de materiales en dispositivos y se incorpora a la industria de la grabación magnética para la fabricación de películas delgadas de materiales magnéticamente blandos que puedan ser utilizados como cabeza de grabación magnética [1, 2] y a la industria electrónica como técnica de fabricación de pistas para placas de circuitos [3, 4] y de obtención de nanohilos metálicos [5–7].

En la actualidad, la nanotecnología ha cobrado gran importancia, siendo la miniaturización de los dispositivos de medida y de almacenamiento de información un objetivo muy importante en la industria. En este sentido, la electrodeposición supone una ventaja industrial respecto a otras técnicas de crecimiento, ya que se trata de una técnica de recubrimiento conforme. Mediante esta técnica de crecimiento se consigue recubrir únicamente las partes conductoras del sustrato, evitando los procesos posteriores al crecimiento tales como el *lift-off*. La combinación de la electrodeposición y las técnicas de litografía permite integrar con facilidad los materiales electrodepositados en dispositivos y sensores, lo que ha dado lugar a grandes avances en numerosos procesos tecnológicos como, por ejemplo, es la integración de cabezas inductivas de grabación [8]. Además, una de las mayores ventajas de la electrodeposición es que se trata de un método rápido de obtención de materiales que permite crecer una gran cantidad de material en un tiempo corto comparado con las técnicas de crecimiento en vacío. Por último, en las técnicas de crecimiento en vacío, tales como el *sputtering* o la *evaporación térmica* entre otras, gran parte de los materiales precursores se depositan en las paredes de la cámara durante el crecimiento y se pierden, lo que no ocurre con los ánodos utilizados en la electrodeposición.

El proceso de electrodeposición permite crecer películas de una amplia variedad de materiales metálicos (bien en su estado puro o bien aleaciones), sobre sustratos metálicos y aislantes metalizados de todo tipo [9,10]. También es posible la obtención de multicapas con intercaras de alta calidad utilizando pulsos de potencial (*pulse-plating*) [11].

Otra de las ventajas de esta técnica a tener en cuenta, es que el crecimiento se lleva a cabo a temperatura baja, inferior a 100 °C, y normalmente a temperatura ambiente, lo que elimina el problema de tensiones mecánicas inducidas por el enfriamiento del sustrato después del crecimiento.

El proceso de electrodeposición

La electrodeposición es un proceso por el cual los iones metálicos presentes en una disolución se incorporan a un sustrato conductor por medio de una reacción química de reducción (ecuación 2.1), que generalmente es reversible. Esta reacción está caracterizada por un potencial de equilibrio denominado *potencial de reducción*. Para valores de potencial inferiores al potencial de equilibrio, se produce la reacción de reducción y el crecimiento sobre el sustrato. Para potenciales superiores al de equilibrio, se produce una reacción de oxidación y la película se disuelve.



El sistema de electrodeposición utilizado en este trabajo se presenta en la figura 2.1. Describimos a continuación cada uno de los elementos del mismo.

- **La celda electroquímica:** en este trabajo se ha utilizado una celda electroquímica de vidrio pyrex con una resistencia calefactora conectada a un controlador de temperatura, que permite calentar el electrolito.

El **controlador de temperatura** recibe la información de la temperatura a la que se encuentra el electrolito en todo momento a través de un termopar que se encuentra sumergido en la zona central del mismo (figura 2.1), protegido por un capilar de vidrio pyrex. El controlador compara la temperatura del

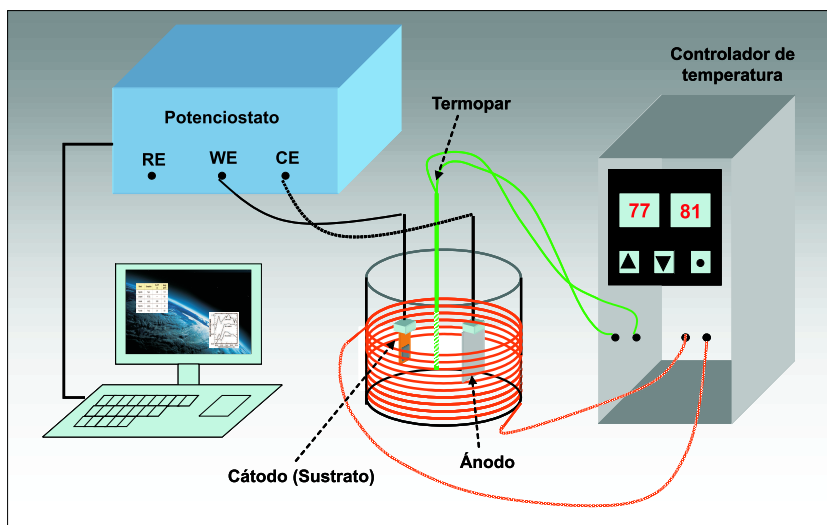


Figura 2.1. Esquema del sistema de electrodeposición utilizado en este trabajo.

electrolito con la introducida por el usuario y la iguala mediante pulsos de corriente que suministra a la resistencia calefactora.

- El **electrolito**: es una disolución que contiene los iones que se incorporan al sustrato tras la reacción química de reducción y que reciben el nombre de *iones electroactivos*. Además contiene otros compuestos químicos conocidos como *electrolito soporte*.
- Los **electrodos**:
 - El **cátodo**: debe ser un material conductor, y es el sustrato sobre el que crecerá el material. En el caso de este trabajo se utilizaron dos tipos de sustratos: rígidos y flexibles. Como sustratos rígidos se usaron obleas de Si(100 nm)/Ta(30 nm)/Cu(120 nm) fabricadas por sputtering y suministradas por *Silicon Valley Microelectronics*. Como sustrato flexible se usaron láminas de cobre de 0.15 mm de espesor de pureza 99.9 %, suministradas por *GoodFellow*. En el caso de los sustratos flexibles, antes del crecimiento se realizó un pulido mecánico y electroquímico con el fin de

mejorar la rugosidad del mismo. El pulido mecánico fue llevado a cabo mediante papel de lija. El pulido electroquímico se realizó en H_3PO_4 al 80 %, estableciendo una diferencia de potencial de 2 V durante 15 minutos entre el sustrato y un electrodo de Cu. Antes del crecimiento, todos los sustratos fueron sumergidos en ácido sulfúrico (10 %) y agua desmineralizada para activar su superficie. Para los crecimientos a temperatura ambiente la superficie de crecimiento se delimitó mediante cinta de kapton mientras que para los crecimientos a alta temperatura se utilizó laca aislante, de forma que todo el sustrato queda cubierto exceptuando la zona de crecimiento.

- el **ánodo**: es un material metálico que puede ser insoluble, como el Pt o el W, o un material soluble que ha de tener una composición similar al que se pretende obtener.
- La **fuentes de corriente o potencióstato**: nos permite controlar el proceso de electrodeposición. El modo básico de funcionamiento de un potencióstato se basa en el empleo de tres electrodos, el electrodo de trabajo o *Working Electrode* (WE), al que se conecta el cátodo, el contra-electrodo o *Counter Electrode* (CE), al que se conecta el ánodo y el electrodo de referencia o *Reference Electrode* (RE) que se usa para establecer medidas precisas de potencial en el sistema. Todo el trabajo realizado ha sido llevado a cabo utilizando el método de control de densidad de corriente, método para el que no es necesario el uso de un electrodo de referencia. Con este método se controla el flujo de iones que llegan al sustrato por unidad de tiempo y con ello la velocidad de crecimiento. Para controlar la densidad de corriente de manera efectiva, es necesario conocer con precisión la superficie de la muestra. Para el control de la corriente se ha utilizado un potencióstato/galvanostato Autolab-PGSTAT30 de *Ecochemie*.

La cantidad de material depositado sobre el sustrato al aplicar una corriente I entre los electrodos durante un tiempo t , se puede calcular como:

$$m = M \frac{It}{nF} \quad (2.2)$$

Esta expresión se obtiene a partir de las leyes de Faraday [12] considerando la reacción de reducción que tiene lugar en la disolución, donde M es la masa molar del material y F es la constante de Faraday.

Para realizar este cálculo de forma sencilla, se ha considerado que toda la corriente I se invierte en la reducción de los iones metálicos de la ecuación 2.1, pero hay que tener en cuenta que por lo general, esta reacción suele ir acompañada de un proceso de desprendimiento de hidrógeno del tipo,



Teniendo en cuenta esto, habrá parte de la corriente que no se invierte en la reducción de los iones electroactivos. Llamaremos eficiencia β de la reacción, al cociente entre la intensidad invertida en el proceso de electrodeposición I_r y la intensidad total I_t ,

$$\beta = \frac{I_r}{I_t} \quad (2.4)$$

El proceso de crecimiento de películas delgadas por electrodeposición depende de parámetros tales como el pH, la temperatura del crecimiento, la composición del electrolito, la densidad de corriente, la agitación del electrolito, etc [13].

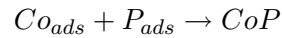
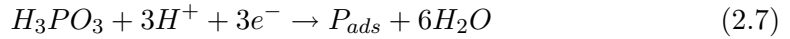
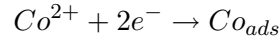
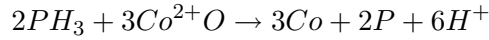
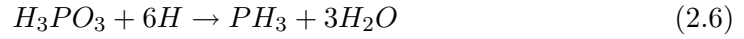
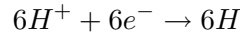
En esta tesis doctoral se ha utilizado la electrodeposición para la síntesis de aleaciones amorfas de cobalto y fósforo. Como en cualquier proceso electroquímico, para la electrodeposición de CoP son necesarias al menos una reacción de oxidación y una reacción de reducción que den lugar al paso de corriente entre el ánodo y el cátodo. Las reacciones de oxidación que tienen lugar en el cátodo dependen de la solubilidad del mismo.

En este trabajo se ha utilizado un ánodo soluble (lámina de Co) y la reacción que tiene lugar en el ánodo es:



Durante el proceso de electrodeposición se incorporan por tanto, iones Co^{2+} al electrolito, variando la concentración relativa de los mismos. Para evitar que el cambio de concentración de iones Co^{2+} sea significativo, se han utilizado electrolitos muy concentrados.

Por otro lado, el P, al igual que otros elementos como el Ge, o el Mo, no puede electrodeponerse en estado puro, sino que necesitan de la presencia de metales de transición como Co, Zn, Ni o Fe para incorporarse al sustrato. A este fenómeno se le conoce con el nombre de *codeposición inducida* [14,15]. En el caso de la electrodeposición de P en presencia de Co se presentan dos posibles mecanismos [16]:



En el primer mecanismo (ecuaciones 2.6), al formarse hidrógeno en el cátodo se reduce el H_3PO_3 a PH_3 . A su vez, el PH_3 reduce los iones de cobalto Co^{2+} , que se codepositan en el cátodo junto con los iones de P. En el segundo mecanismo (ecuaciones 2.7) el P se forma por la reducción de H_3PO_3 y de los iones de H^{+} en el cátodo. Los átomos de P producidos se incorporan posteriormente a la red de Co. En ambos procesos, tanto la adsorción de H_3PO_3 como la presencia de una alta

concentración de iones H^+ en el cátodo favorecen la incorporación del fósforo a la red de cobalto que se deposita inicialmente.

La evolución de hidrógeno es un factor importante a tener en cuenta en el proceso de electrodeposición ya que, por un lado la reacción de reducción de protones es importante en los procesos electroquímicos y por otro lado, la inclusión de gas en las muestras puede modificar las propiedades magnéticas de los materiales obtenidos [17, 18].

Como hemos explicado anteriormente la producción de hidrógeno está ligada al pH del electrolito, ya que, cuanto menor sea el pH, mayor será la concentración de iones H^+ en la disolución. Los trabajos realizados al respecto concluyen que el aumento del pH de la disolución favorece la eficiencia de la reacción y mejora la calidad de las muestras obtenidas [13, 19–22]. Cuando la concentración de iones H^+ en disolución es alta, hay más probabilidad de que el hidrógeno se incorpore a la superficie de la muestra durante el crecimiento, dando lugar a tensiones internas [23]. Estas tensiones inducidas por la evolución de hidrógeno gas durante el proceso de crecimiento, afectan a sus propiedades magnéticas ya que contribuyen a aumentar la anisotropía magnética [18, 23, 24].

Por lo tanto, un aumento del pH del electrolito favorecerá el aumento de la eficiencia de la reacción y la reducción de la anisotropía magnética de las muestras debida a las tensiones inducidas por la evolución del hidrógeno gas durante el crecimiento.

2.1.2. Pulverización catódica o *Sputtering*

La técnica de crecimiento mediante pulverización catódica en vacío, también conocida como *sputtering*, es actualmente una de las más utilizadas para el crecimiento de películas delgadas de diferentes materiales. Esto es debido, no sólo a la posibilidad de depositar numerosos elementos y compuestos de alto punto de fusión, sino también a las excelentes propiedades de adherencia y densidad que poseen las capas depositadas. Además, permite controlar la velocidad de crecimiento, así como la energía con la que llegan los átomos pulverizados a la superficie del sustrato, que

facilita el control de la morfología de las capas depositadas.

Esta técnica se basa en el bombardeo intenso de un material por medio de los iones producidos en una descarga eléctrica en forma de plasma. Cuando la energía de los iones incidentes es suficientemente elevada, la interacción con la superficie del material hace que los átomos de la superficie sean arrancados, por medio del intercambio de momento cinético. Estos átomos arrancados se propagan en todas las direcciones de forma que algunos de ellos se depositan sobre un sustrato, dando lugar al crecimiento de una película delgada. El gas de la descarga suele ser un gas inerte de masa elevada, normalmente Ar, ya que de esta forma se aumenta la transferencia del momento cinético a los átomos del blanco.

El sistema de pulverización catódica que se ha utilizado en el desarrollo de esta tesis doctoral recibe el nombre de *sputtering magnetrón*.

La figura 2.2, muestra un esquema representativo de un cañón magnetrón del sistema de crecimiento por sputtering o pulverización catódica. El electrodo conectado a potencial negativo, que se encuentra situado dentro de una pieza llamada cañón o *magnetron*, actúa como cátodo de la descarga eléctrica. Este cátodo, también denominado *blanco*, está formado por el material a evaporar y se encuentra sometido al bombardeo intenso de los iones positivos de la descarga una vez que son ionizados y acelerados desde el plasma mediante un campo eléctrico intenso generado en las proximidades del blanco. El blanco se encuentra apoyado sobre una placa mediante un soporte aislante. Por debajo de la placa se encuentran situados una serie de imanes, dispuestos de forma que las líneas de campo son paralelas a la superficie del cátodo desde la periferia, cerrándose sobre el centro. El campo al que dan lugar los imanes es un campo relativamente débil (de unos cientos de gauss), afectando más a los electrones que a los iones de la descarga. De este modo, los electrones del plasma describen trayectorias helicoidales alrededor del campo magnético, incrementando la longitud de su trayectoria hacia el ánodo, y con ello el número de colisiones con los iones positivos de la descarga. El efecto final es un aumento en la eficiencia de la ionización y una mayor corriente de descarga del plasma, de modo que se favorece la velocidad de crecimiento del sistema. Al concentrar el campo magnético, los iones

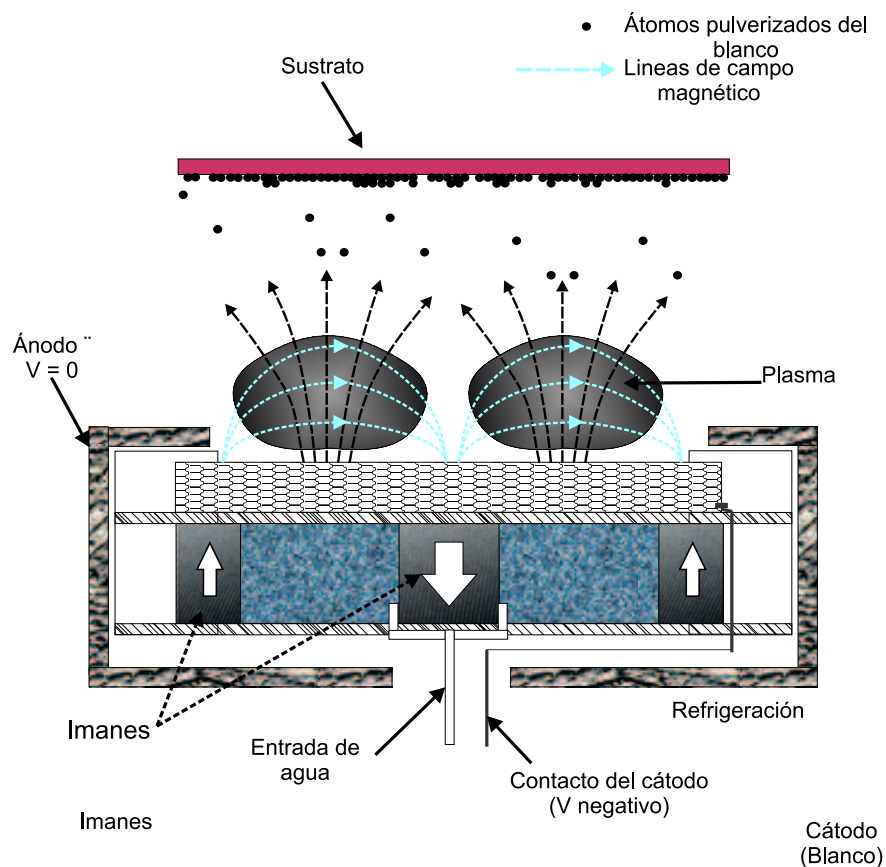


Figura 2.2. Esquema representativo de un cañón magnetrón durante el crecimiento del material de un sistema de crecimiento por *sputtering*.

de Ar quedan confinados en un área específica de los blancos, lo que provoca que los blancos sufran un gran desgaste en la zona donde se concentra el plasma, desaprovechando el volumen de blanco restante. El ánodo está formado por la propia carcasa del sistema, rodeando la parte superior del cátodo y conectado a tierra. El magnetrón se encuentra refrigerado mediante un circuito cerrado de agua.

El proceso de crecimiento mediante la técnica de *sputtering* está condicionado por diferentes parámetros que afectan al ritmo de crecimiento y por lo tanto, a las propiedades estructurales del material depositado. Estos factores son:

- La *potencia del arco de voltaje*: esta potencia es el producto de la diferencia de potencial aplicada para generar el arco y la corriente iónica absorbida por el blanco. La tasa de crecimiento aumenta linealmente con la potencia llegando a un valor para el que, si esta potencia es demasiado alta, el blanco sufre llegando a quebrarse e incluso a fundirse. Además, para conseguir un arco de plasma con mayor potencia es necesaria una mayor presión de argón, lo que afecta a la velocidad con la que se deposita el material, haciendo disminuir la tasa de crecimiento. La potencia utilizada en los crecimientos ha sido de 40 W.
- La *presión de argón*: esta presión debe ser al menos la necesaria para que el gas se ionice. Esta presión mínima garantiza el mayor ritmo de crecimiento ya que una presión mayor de argón da lugar a un mayor número de choques entre los átomos del gas y las partículas que han sido arrancadas del blanco. La presión de crecimiento que se ha utilizado en este trabajo ha oscilado entre 10^{-2} y 10^{-3} mbar.
- La *distancia entre el blanco y el sustrato*: es un factor importante ya que cuanto más cerca estén el uno del otro mayor será el ángulo sólido entre ellos y menor el número de choques que sufren los átomos del material procedentes del blanco. Por lo tanto, cuanto menor sea la distancia, mayor será el ritmo de crecimiento.
- El *ángulo de incidencia entre el sustrato y el blanco*: este factor afecta a las propiedades magnéticas del material crecido ya que puede inducir direcciones de anisotropía. Un determinado ángulo de incidencia del haz de átomos provenientes del blanco puede dar lugar al desarrollo de una microestructura direccional al aparecer una dirección preferente de crecimiento o a una determinada distribución de tensiones en la muestra que afecten a sus propiedades. Para evitar esto, se rota el sustrato durante el crecimiento.
- La *temperatura del sustrato*: este factor afecta al ritmo de crecimiento y a la estructura con la que crece el material. El sustrato se calienta de forma natural debido al impacto continuo de las partículas incidentes. Al calentarse el sus-

trato aumenta la movilidad de los átomos incidentes y se producen estructuras con mayor calidad cristalina.

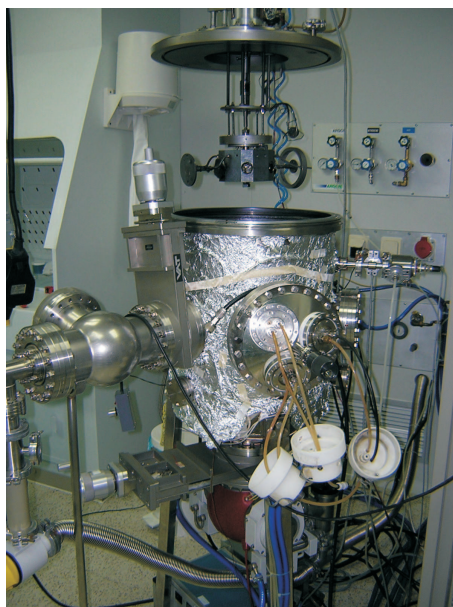


Figura 2.3. Sistema de pulverización catódica utilizado.

El sistema de *sputtering* utilizado en el desarrollo de esta tesis doctoral se muestra en la figura 2.3 y pertenece al *ISOM*. Consiste en un sistema de cuatro magnetrones (tres en un sistema ternario y uno independiente) en el que las muestras se colocan en posición vertical y pueden rotar durante el crecimiento. Las fuentes de potencia DC de los magnetrones se controlan mediante un circuito electrónico provisto de temporizador y la presión de crecimiento se controla por medio de una electroválvula. El proceso de sputtering tiene lugar en una cámara que inicialmente se encuentra en condiciones de alto vacío, con presiones base de 10^{-7} mbar.

2.1.3. Crecimiento por láser pulsado. *Pulse Laser Deposition* (PLD)

El crecimiento por láser pulsado o *Pulse Laser Deposition* (PLD) se basa en la capacidad de un haz láser para *arrancar* material de un blanco, material que posteriormente se deposita sobre un sustrato formando una lámina delgada. En este proceso intervienen diversos mecanismos físico-químicos, que en su conjunto se conocen como ablación [25, 26]. Desde el punto de vista experimental la técnica de PLD es relativamente sencilla. La figura 2.4 muestra de forma esquemática los elementos básicos de un sistema de PLD. El primero de ellos es un láser pulsado cuyo haz se enfoca sobre el blanco, de forma que la ablación del blanco produce un plasma que se expande perpendicularmente a él. Por esta razón el sustrato se sitúa enfrente del blanco. Tanto el blanco como el sustrato se encuentran en una atmósfera controlada con presión entre 10^{-8} y 10^{-6} mbar. El haz láser no debe impactar siempre sobre el mismo punto del blanco, para evitar que acabe agujereándolo. Por tanto, es necesario mover el haz o el blanco durante el proceso, de forma que la ablación ocurra sucesivamente en puntos distintos del blanco y se vaya consumiendo homogéneamente. Lo normal es que se vaya rotando el blanco para que no cambien las condiciones ópticas del sistema.

Los blancos utilizados en esta técnica son significativamente más pequeños que los usados en el crecimiento por *sputtering*. Controlando el número de pulsos del láser sobre el blanco se obtiene un control muy preciso del espesor de la capa crecida.

La técnica de PLD permite un mejor control de la microestructura a través del control de la energía cinética del plasma, valor que se controla mediante la presión presente en la cámara durante el crecimiento. Se pueden conseguir valores de energía de plasma de hasta 100 eV, valor aproximadamente un orden de magnitud mayor que la que se consigue en el crecimiento por *sputtering* [27].

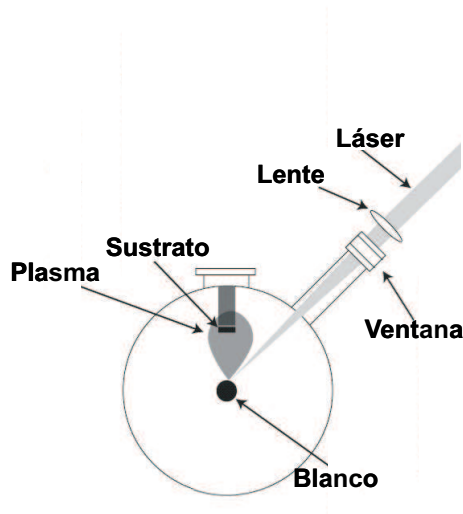


Figura 2.4. Esquema representativo del crecimiento por PLD.

El sistema de PLD usado en este trabajo pertenece al *IFW-Dresden*. Se trata de un sistema Lambda Physik LPX305 con un láser de KrF de 248 nm de longitud de onda y duración del pulso de 25 ns.

2.2. Tratamientos térmicos

A lo largo de este trabajo se han realizado diferentes tratamientos térmicos con el objetivo de mejorar las propiedades de las películas magnéticas crecidas mediante las técnicas de crecimiento descritas anteriormente. Todos los tratamientos térmicos se han realizado en atmósfera de Ar aplicando rampas de temperatura con la ayuda de dos sistemas distintos:

1. Horno tubular del *ISOM*: consta de tres resistencias calefactoras programables de manera independiente y de un conducto de entrada y salida de gases. Puede verse en la figura 2.5.
2. Horno del *LOE*: El horno disponible en el *LOE* permite programar rampas de calentamiento/enfriamiento. Además, permite aplicar campo magnético de

hasta 2T durante el tratamiento térmico con posibilidad de rotar la muestra dentro del campo magnético. Este horno se muestra en la figura 2.6

En todos los tratamientos térmicos recogidos en esta memoria se ha utilizado un flujo constante de argón con el fin de evitar la oxidación de las muestras.

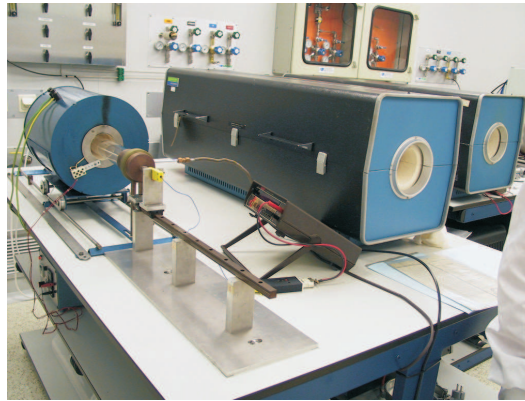


Figura 2.5. Horno de resistencias usado para los distintos tratamientos térmicos del trabajo.

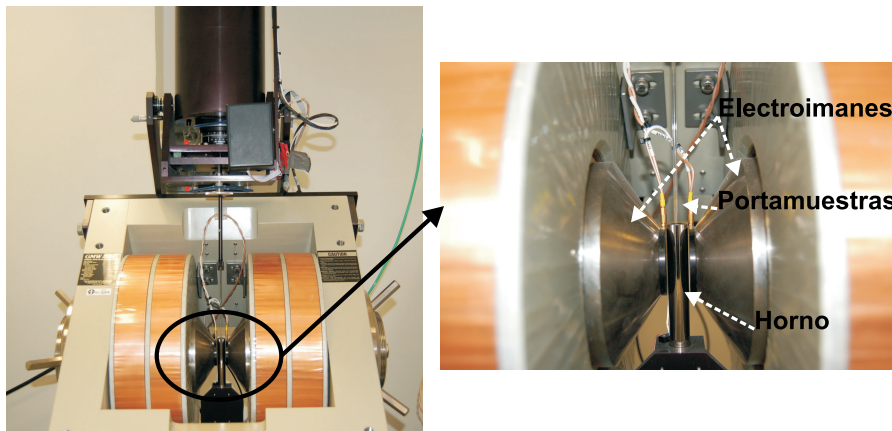


Figura 2.6. Horno del *LOE*.

2.3. Técnicas de caracterización estructural

2.3.1. Medidas de composición y topografía: Microscopio electrónico de barrido (SEM:EDS)

Para la caracterización de la topografía y composición de las muestras se utilizó microscopía electrónica de barrido (Scanning Electron Microscopy: *SEM*), con análisis de composición por espectroscopía de dispersión de energía (EDS). Los equipos utilizados fueron un microscopio Philips CM20 en el caso del trabajo realizado en Dresden (Alemania) y un microscopio *SEM* JEOL 5800 en el caso del trabajo realizado en el *ISOM*.

2.3.2. Medidas de Difracción de Rayos X (XRD)

Esta técnica se utilizó con el fin de confirmar el estado amorfo de las películas de CoP electrodepositadas (capítulos 4 y 5), y para determinar la estructura cristalina de las películas de SmCo crecidas tanto por PLD como por *sputtering* (capítulo 8). El estudio de la estructura de las muestras se realizó mediante difracción de rayos X usando un goniómetro de rayos X SIEMENS D 5000 con radiación CoK_α para caracterizar las muestras de SmCo crecidas en Dresden y un XPERT-PRO con radiación CuK_α para el resto de las muestras, utilizando en ambos casos la geometría estándar θ - 2θ .

2.3.3. Medidas de espesor.

Perfilómetro

Para medir el espesor de las muestras se utilizó un perfilómetro *Alpha Step 200* de *Tencor Instruments*. Este instrumento permite medir el espesor de una determinada muestra así como la rugosidad de su superficie. Consta de una punta de diamante de $12.5\ \mu\text{m}$ de diámetro solidaria a un sensor de fuerza graduable de 3 a 7 mg, que barre la superficie de la muestra mediante un desplazamiento vertical controlado. Este sistema tiene una resolución de $5\ \text{\AA}$, con un rango dinámico de $\pm 160\ \mu\text{m}$.

Microscopio de Fuerzas Atómicas: *Atomic Force Microscope* (AFM)

El microscopio de fuerzas atómicas (AFM) fue desarrollado por Binnig en 1986 [28]. Es una técnica mecano-óptica capaz de detectar fuerzas del orden de 10^{-12} N, que permite registrar continuamente la topografía de la superficie de una determinada muestra mediante el barrido de una punta de forma piramidal o cónica que se encuentra situada sobre una micropalanca flexible de silicio de unos 200 μm . La resolución vertical de esta técnica es de menos de 1 nm y permite distinguir detalles tridimensionales en la superficie de la muestra. La resolución horizontal o lateral viene dada por el radio de la punta, que según los fabricantes oscila entre 5 y 10 nm, y por el ruido térmico y electrónico del sistema. El AFM permite trabajar en diferentes modos para la obtención de la imagen: *contacto*, *no contacto* e intermitente o *tapping*.

Para obtener imágenes mediante esta técnica, la superficie de la muestra es barrida por la punta de forma que la fuerza interatómica entre los átomos de la punta y los de la superficie provocan una flexión en la palanca. Esta flexión es registrada por un sensor y la señal obtenida se introduce en un circuito o lazo de realimentación. Éste controla un actuador piezoeléctrico que determina la altura de la punta sobre la muestra. Representando la altura de la punta frente a su posición sobre la muestra es posible trazar un mapa topográfico de la muestra.

El modo *contacto*, es un modo estático en el que la fuerza entre punta y muestra se mantiene constante. Este modo únicamente es apropiado para muestras fuertemente adheridas al sustrato que no presenten relieve irregular ya que en caso contrario se daña la muestra.

Los modos de *no contacto* y *tapping* son modos dinámicos en los que se hace vibrar la punta valiéndose de un actuador piezoeléctrico. La interacción punta-superficie modifica la amplitud, frecuencia y fase de resonancia mientras que el lazo de realimentación mantiene constante alguna de las tres propiedades. Si se mantiene constante la frecuencia de resonancia, el modo es el que se opera es el de *no contacto*, mientras que es el modo *tapping* si lo que se mantiene constante es la amplitud. El modo utilizado en nuestro caso fue el de *no contacto*, modo adecuado para obtener

información de la topografía de superficies duras a escala atómica.

Esta técnica se utilizó para la medida de espesores de las muestras de SmCo crecidas por PLD en Dresden (capítulo 8). Estas muestras se crecieron con una máscara con el fin de crear escalones en los que llevar a cabo las medidas de espesor. El AFM utilizado es un *Nanoscope III*.

2.4. Técnicas de Caracterización magnética

2.4.1. Medida de ciclos de histéresis: Método de inducción

El método de inducción está basado en la ley de Faraday de la inducción magnética: cuando varía el flujo magnético que atraviesa un circuito, se induce en dicho circuito una fuerza electromotriz (*f.e.m*), que es proporcional al ritmo de variación del flujo magnético.

$$\varepsilon = -\frac{\partial\phi}{\partial t} \quad (2.8)$$

El sistema experimental utilizado, se presenta en la figura 2.7. La muestra se coloca sobre un portamuestras, dentro de un *bobinado secundario* que a su vez se introduce en un solenoide que funciona como *bobinado primario*. El bobinado primario se alimenta mediante una señal sinusoidal de baja frecuencia (menor que 5 Hz), mediante un generador de señales conectado a un amplificador de corriente.

Para medir el campo aplicado H se coloca una resistencia de valor conocido en serie con el circuito primario. La diferencia de potencial V en los bornes de la resistencia es proporcional a H a través de la relación:

$$H = nI = n\frac{V}{R} \quad (2.9)$$

Siendo n el número de espiras por unidad de longitud del solenoide.

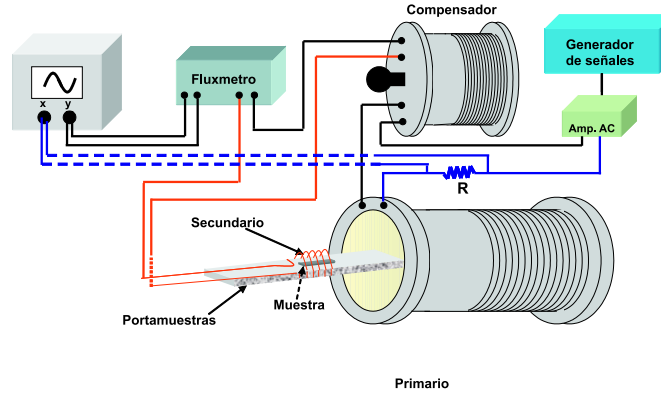


Figura 2.7. Esquema del dispositivo experimental para la medida de ciclos de histéresis mediante el método de inducción magnética.

El campo H es un campo alterno dependiente del tiempo $H(t)=H_0\text{sen}(\omega t)$, de modo que tanto la inducción magnética B , como la imanación M serán igualmente funciones dependientes de tiempo. Por lo tanto:

$$\varepsilon = -\frac{\partial\phi}{\partial t} = -NS\frac{\partial B}{\partial t} = -N\mu_0\frac{\partial(HS_b + MS_m)}{\partial t} \quad (2.10)$$

Donde S_b y S_s , son la sección transversal de la bobina y la de la muestra respectivamente.

Estamos interesados en medir ciclos de histéresis M - H . Para conseguirlo se utiliza un compensador, que consta de un solenoide que se conecta en serie con el circuito primario y de un segundo bobinado, conectado en serie-oposición con el secundario que se encuentra rodeando a la muestra, de forma que las fuerzas electromotrices inducidas en ambos bobinados *secundarios* tengan signos contrarios. Como en el secundario del compensador no hay muestra, la *f.e.m* inducida en este bobinado ε' , sólo será función del campo magnético H , de modo que la fuerza electromotriz total ε_t será:

$$\varepsilon_t = \varepsilon - \varepsilon' = -N\mu_0 \frac{\partial(HS_b + MS_m)}{\partial t} + NS_b\mu_0 \frac{\partial H}{\partial t} = -N\mu_0 S_m \frac{\partial M}{\partial t} \quad (2.11)$$

Para obtener M se integra esta señal con un integrador analógico (flúxmetro). La señal que se obtiene a la salida del integrador es proporcional a la imanación M :

$$V_{out} = k \int \varepsilon_t \partial t = kN\mu_0 S_m M = KM \quad (2.12)$$

donde k es un factor de amplificación que introduce el *fluxmetro*, y $K=kN\mu_0 S_m$. Esta señal se lleva al canal Y del osciloscopio.

En los ciclos de histéresis obtenidos mediante este método de inducción, las medidas de campo H se presentarán como medidas absolutas, mientras que las de imanación M serán medidas relativas.

2.4.2. Magnetómetro de muestra vibrante (VSM)

El magnetómetro de muestra vibrante se ha convertido en una de las técnicas más utilizada para llevar a cabo la medida de las propiedades magnéticas de una gran variedad de materiales. Esta técnica experimental, válida para muestras de pequeño tamaño (el tamaño máximo suele ser de alrededor de 1 cm x 1 cm), fue desarrollada en 1956 por Simon Foner [29] y está basada en la ley de inducción de Faraday. Esta técnica se basa en la medida del voltaje inducido en unos bobinados secundarios por la variación de flujo magnético al que da lugar una muestra vibrando situada en el seno de un campo magnético uniforme. El voltaje inducido en los bobinados secundarios es proporcional al momento magnético de la muestra. El esquema básico de los componentes de un VSM se presenta en la figura 2.8.

En este trabajo se han utilizado tres magnetómetros VSM: un VSM *Lakeshore*, modelo 7304 con electroimán de 1.8 T para las medidas llevadas a cabo en el *ISOM*, un VSM *ADE magnetics VS* modelo EV9 con electroimán de 2.2 T para las medidas realizadas en el *LOE*, y un VSM *Quantum design PPMS* con electroimán de 9 T, para las medidas realizadas en el *IFW-Dresden*.

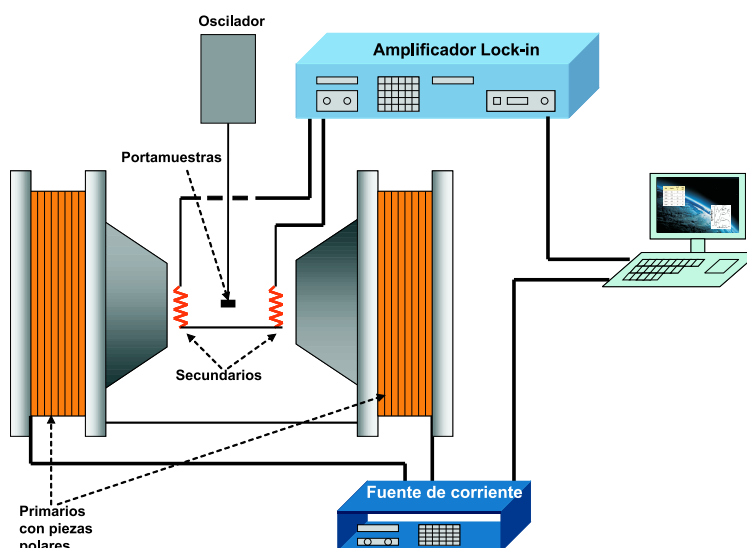


Figura 2.8. Esquema básico de la estructura de un VSM

2.4.3. Observación de dominios magnéticos: Técnica Bitter

Si sobre la superficie de una muestra magnética se esparce polvo magnético, se pueden observar los dominios magnéticos de la muestra con la ayuda de un microscopio óptico. Este fenómeno lo demostró Bitter en 1932 [30]. Esta técnica no requiere ninguna preparación especial de las muestras, si bien es cierto que la resolución de las imágenes aumenta cuanto menos rugosa sea la superficie de la muestra a estudiar. Por medio de esta técnica, se pueden observar de forma rápida y sencilla, patrones de dominios estáticos y movimientos lentos de paredes magnéticas.

El proceso de visualización de dominios magnéticos por técnica Bitter consiste en depositar sobre la superficie de la muestra una pequeña cantidad de *coloide* (partículas ferromagnéticas enbebidas en un líquido) y cubrirla con un cubreobjetos de forma que el coloide quede distribuido en la superficie de la muestra como una capa fina lo más uniformemente posible. Las partículas ferromagnéticas del coloide se mueven hacia las zonas donde el gradiente de campo magnético es mayor, es decir en torno a las paredes de los dominios magnéticos.

Se puede acelerar el proceso de aproximación de las partículas del coloide a las paredes de los dominios polarizando el coloide por medio de un campo magnético débil perpendicular a la superficie de la muestra. El campo ha de ser lo suficientemente débil como para no alterar la estructura inicial de dominios a estudiar.

Para este trabajo se ha utilizado un *Ferrofluid EMG 607* como coloide, suministrado por *Ferrotec*. La observación de los dominios se ha llevado a cabo con un microscopio óptico *Olympus BX60M*. Este microscopio cuenta con una cámara digital acoplada *Olympus DP11*.

2.4.4. Medidas dinámicas de imanación

El objetivo de estas medidas es obtener valores del campo de propagación H_p y del campo coercitivo H_c de muestras toroidales en función de la frecuencia (capítulo 4).

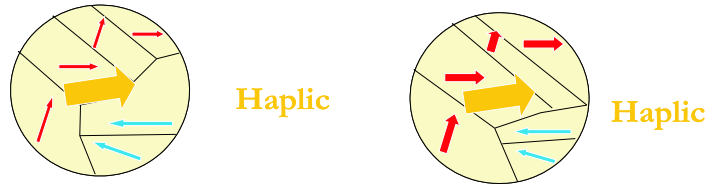
Cuando aplicamos un campo magnético sobre una muestra ferromagnética que tiene la imanación orientada en una determinada dirección, pueden darse dos procesos distintos de imanación:

- En el primero, inicialmente comenzarán a moverse las paredes de los dominios magnéticos con la orientación de la imanación más próxima a la del campo aplicado, y una vez esa pared se haya desplazado y el dominio haya crecido a costa de los demás dominios, el siguiente mecanismo que aparecerá será el de rotación de la imanación, hasta que toda la muestra tenga su imanación orientada en la dirección del campo aplicado (figura 2.9).
- En el segundo, si energéticamente es más favorable que se nucleen dominios, se nucleará un dominio magnético con una determinada orientación de la imanación, de manera que una vez nucleado, comenzará a crecer, y siempre, por último, si es necesario, aparecerá el mecanismo de rotación de la imanación (figura 2.9).

El *campo de propagación*, H_p es el campo necesario para mover paredes, es decir, el campo a partir del cual las paredes tienen energía suficiente para desengancharse de los puntos de anclaje y moverse a lo largo de la muestra. El *campo de nucleación*, H_n es el campo necesario para que se nucleee una pared de dominio con una determinada orientación de la imanación. El *campo coercitivo*, H_c , es el campo mínimo que hay que aplicar para cambiar la orientación de la imanación de la muestra. El valor de H_c , por tanto, coincidirá con el del campo de propagación o con el del campo de nucleación de paredes.

Mecanismos de los Procesos de imanación

1. Desplazamiento de paredes (nucleación de dominios si fuese necesario)



2. Rotación de imanación

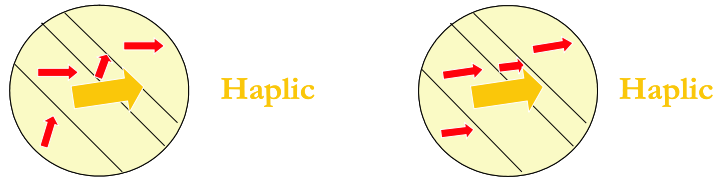


Figura 2.9. Esquema sencillo de los mecanismos de los procesos de imanación.

Para obtener los valores del campo de propagación, necesitamos medir la curva de primera imanación de la muestra, curva obtenida al medir la imanación en función del campo aplicado partiendo del material desimanado.

El método utilizado es el *método de oscilación de paredes de dominios* propuesto por Aroca [31] en 1984. Este método se basa en la medida de la respuesta de la imanación de una muestra desimanada al aplicar campos magnéticos alternos de amplitud decreciente.

Medimos el campo aplicado sobre la muestra de la misma forma que en casos anteriores (apartado 2.4.1), colocando una resistencia de valor conocido en serie con

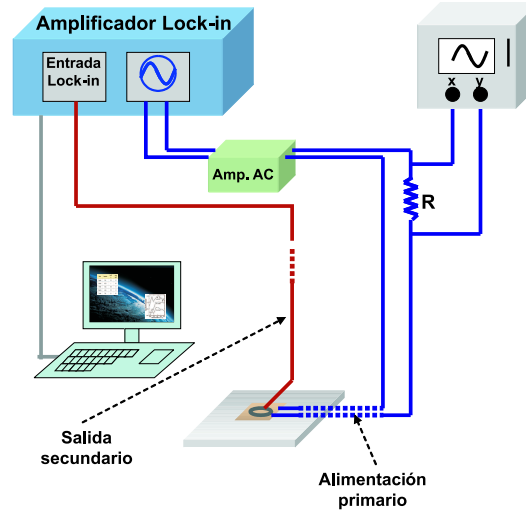


Figura 2.10. Esquema del sistema diseñado para llevar a cabo las medidas de campo de propagación de las diferentes muestras de CoP crecidas sobre sustratos toroidales.

el circuito primario. El valor de la imanación, se mide partiendo de la fuerza electromotriz inducida, que se obtiene midiendo la señal de salida del secundario con un amplificador *lock-in* *SRS-830* de *Stanford Research System*. Antes de realizar la medida, se desimana la muestra por medio de un campo alterno de amplitud decreciente. Se comienza entonces a aumentar la amplitud del campo alterno linealmente desde cero, midiendo con el *lock-in* la parte real ε_r , imaginaria ε_i , o el módulo ε , de la fuerza electromotriz inducida en el secundario, obteniendo una curva como la que aparece en la figura 2.11. A partir de esta gráfica se obtiene fácilmente el valor del campo de propagación dependiente de la frecuencia ($H_{p,f}$): el incremento de la fuerza electromotriz (f.e.m) debido al desenganche de las paredes de sus puntos de anclaje ocurre para el valor de campo $H_{p,f}$, que depende de la frecuencia. Por lo tanto, para obtener el valor de $H_{p,f}$ en cada caso basta con obtener el corte con el eje X de la pendiente de la curva de primera imanación en la zona donde la f.e.m comienza a aumentar.

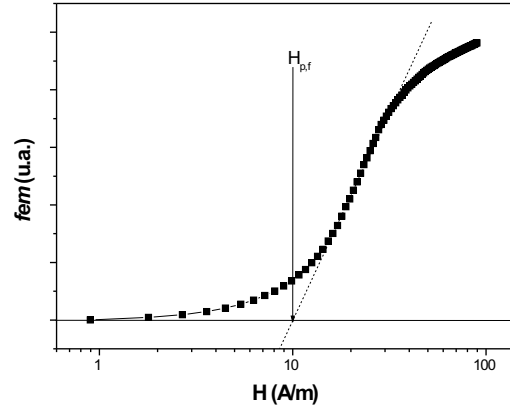


Figura 2.11. Curva utilizada para obtener el valor de $H_{p,f}$. Esta curva se obtuvo para un valor de la frecuencia de 1 kHz.

2.4.5. Medidas de Magnetostricción

Las medidas de magnetostricción que aparecen en este trabajo se llevaron a cabo mediante un sistema desarrollado por el Dr. David Ciudad como parte del trabajo de su tesis doctoral [32].

El sistema de medida, que se representa en la figura 2.12, se basa en la medida del pandeo que experimenta una lengüeta de material magnetostrictivo bajo la acción de un campo magnético. La lengüeta, formada normalmente por un material no magnético (sustrato) sobre el que se ha crecido el material a estudiar, se sujeta por uno de sus extremos, y su extremo libre es iluminado mediante un láser. La flexión de la lengüeta se detecta mediante el cambio de posición del haz reflejado sobre un fotodetector [33].

Mediante un equilibrado adecuado, este método proporciona medidas directas de la magnetostricción λ_s de los materiales a estudiar.

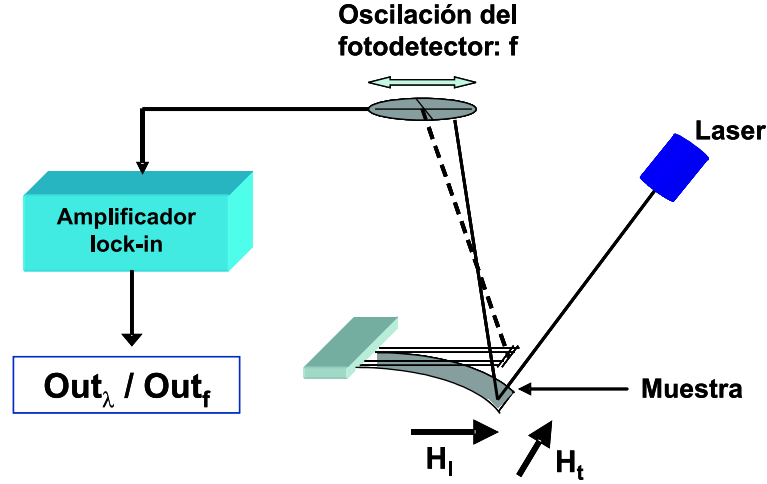


Figura 2.12. Representación esquemática del sistema experimental de medida para la magnetostricción. El fotodetector se encuentra oscilando a una frecuencia f y una amplitud fija. La componente de la señal obtenida para la frecuencia de oscilación del fotodetector (Out_f), se usa para normalizar la componente de la señal debida a la deflexión del cantilever (Out_λ).

2.5. Caracterización de sensores Fluxgate: Medidas de Sensibilidad

Este sistema fue diseñado para llevar a cabo medidas de sensibilidad en los sensores tipo fluxgate con núcleo de CoP que se estudian en este trabajo.

El esquema del dispositivo de medida se muestra en la figura 2.13. Se sitúa el sensor en el seno de un campo magnético externo creado por unas bobinas en configuración Hemholtz. Para la alimentación de los carretes, se utiliza un amplificador de corriente continua. La corriente que circula por las bobinas se mide con la ayuda de una resistencia patrón colocada en serie con las mismas.

El circuito primario del sensor es excitado mediante una corriente sinusoidal de alta frecuencia (1-50 kHz) generada mediante una diferencia de potencial suministrada por un amplificador *lock-in* y posteriormente amplificada. La corriente de excitación se mide a partir de la diferencia de potencial entre los extremos de una

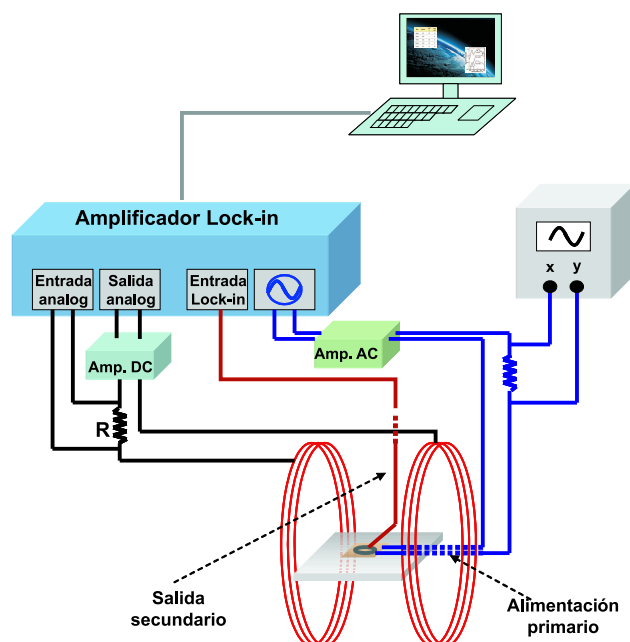


Figura 2.13. Esquema del sistema diseñado para llevar a cabo la caracterización de los sensores fluxgate.

resistencia no inductiva colocada en serie con el circuito primario. El valor de esta diferencia de potencial se mide con un osciloscopio digital YOKOGAWA.

La respuesta del sensor, que viene dada por el segundo armónico del voltaje inducido en el circuito secundario, se mide con el amplificador *lock-in*. El amplificador *lock-in* utilizado en este sistema experimental, *SRS-830 de Stanford Research System*, dispone de una señal de entrada y salida analógica con la que se controla y se mide el campo alterno aplicado, lo que permite controlar todo el proceso de medida a través del *lock-in* con la ayuda de un programa en *Visual Basic* desarrollado en el transcurso de este trabajo.

2.6. Útil de pegado y centrado de imanes

Esta técnica se usa en el capítulo 6 para centrar y pegar los imanes comerciales de SmCo sobre membranas de Si (100). El pegado y centrado de los imanes resulta complicado, ya que el espesor de las membranas sobre las que se deben pegar los mismos es muy pequeño (entre 13 y 16 μm), lo que hace que sean superficies muy frágiles, susceptibles de romperse fácilmente. El centrado tiene un error menor de 500 μm .

Por esta razón se ha desarrollado un útil que consta de un soporte milimetrado sobre el que se centra la membrana, solidario con un posicionador que sirve para centrar la varilla que deposita el pegamento. El primer paso es centrar la varilla respecto al soporte milimetrado mediante el posicionador. Una vez centrada la varilla, se coloca la membrana de forma que su centro coincida con el centro del soporte. A continuación, se cubre la punta de la varilla con un poco del pegamento que se vaya a usar, y se acerca la varilla a la superficie de la membrana de forma que, en el centro de la misma, quede depositada una pequeña gota de pegamento (figura 2.14 (a)). Una vez centrada la gota de pegamento se posiciona el imán sobre ella, con ayuda de unas pinzas, presionando ligeramente e intentando que quede lo más centrado posible, tal y como se muestra en la figura 2.14 (b).

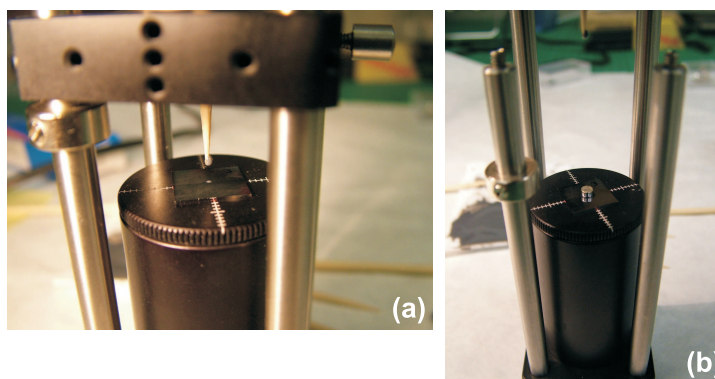


Figura 2.14. Foto del posicionador utilizado para el pegado de imanes comerciales de SmCo sobre las membranas de silicio. (a) Centrado de la gota de pegamento sobre la superficie de la membrana. (b) Imán pegado sobre la membrana.

Parte I

Sensores fluxgate con núcleo de CoP

Capítulo 3

Introducción

Los sensores fluxgate son sensores de campo magnético que miden la magnitud y dirección de campos magnéticos continuos o campos magnéticos alternos de baja frecuencia en el rango de los 10 nT los 100 μ T. Estos sensores pueden alcanzar una resolución del orden de 10 pT con una precisión de 1 nT, aunque los dispositivos comerciales presentan valores de resolución y precisión un poco peores (100 pT de resolución y 10 nT de precisión). Son dispositivos pequeños, resistentes y fiables con un bajo consumo de energía y que trabajan en un amplio rango de temperaturas, presentando una alta estabilidad térmica y una deriva térmica muy baja (0.1 nT/°C). La miniaturización de este tipo de dispositivos ha sido uno de los principales objetivos desde su aparición en los años 30, debido a sus numerosas aplicaciones. Entre estas aplicaciones cabe destacar las aplicaciones en el sector militar y en prospección geológica [34], su uso para navegación en aviones y otros vehículos [34], así como la que nos ocupa en esta tesis doctoral que es su aplicación en el sector espacial que se remonta a los años 60 - 70 [35, 36] y que continúa en la actualidad [37–40]. La medida del campo magnético ha sido un objetivo importante desde el comienzo de la carrera espacial. El Sputnik 3, lanzado en 1958 ya llevaba a bordo un magnetómetro fluxgate. Desde entonces, numerosos fluxgates, la mayoría de ellos triaxiales, han medido el campo magnético en órbita en misiones tales como MAGSAT o *Ørsted* (con un magnetómetro escalar en configuración dual) [38, 39], así como en misiones

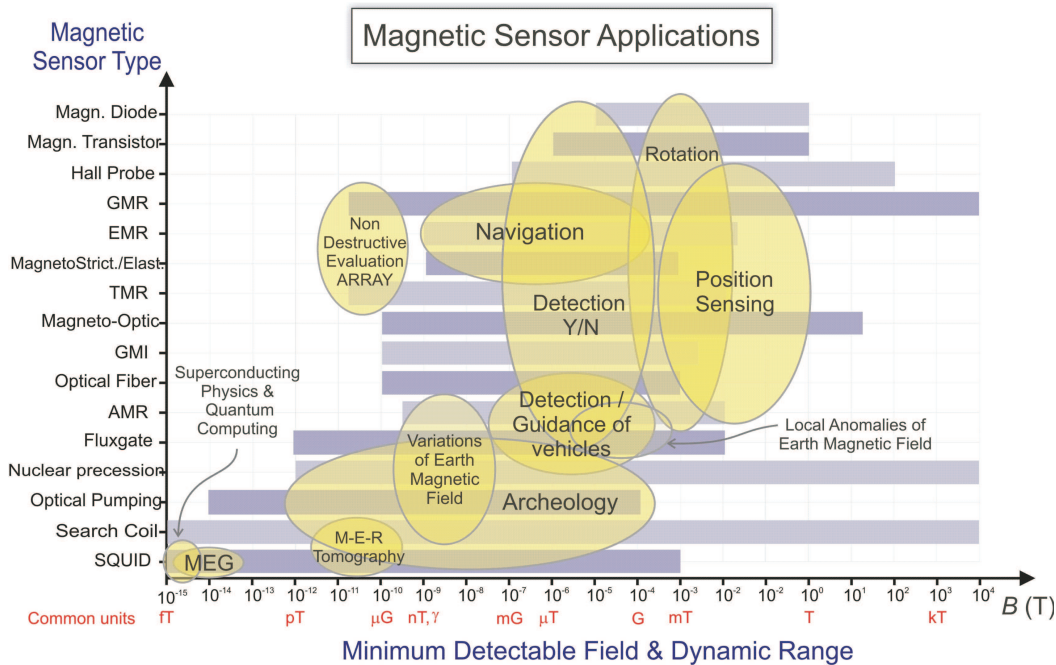


Figura 3.1. Gráfica explicativa del rango de funcionamiento y aplicaciones de los principales sensores magnéticos existentes en la actualidad

destinadas a la Luna [41]. Los fluxgates modernos presentan menor volumen y masa, mayor funcionalidad y mejores prestaciones magnéticas.

Para campos superiores a los 10^{-4} T los sensores tipo GMR son buenas opciones como sensores de campo magnético, ya que son más pequeños, más baratos y consumen menos energía que los sensores fluxgate. Los sensores AMR sin embargo, aunque presentan las mismas ventajas que los sensores GMR, tienen un rango de medida menor que los sensores fluxgate. Los sensores fluxgate son la mejor elección si se requiere medir en el rango de los microtesla, siendo el sensor por excelencia para la medida del campo magnético terrestre en el sector espacial ya que su tecnología permite un buen compromiso entre resolución, estabilidad y consumo de potencia, masa y volumen (figura 3.1) [42].

Un fluxgate consta de un núcleo de material magnéticamente blando y por lo tanto fácil de imanar, rodeado por dos bobinados: un bobinado primario utilizado

para excitar el núcleo, y otro secundario que se usa para medir la respuesta del sensor. Por el bobinado primario se hace pasar una corriente alterna que produce un campo magnético alterno, que satura periódicamente el núcleo en ambos sentidos. Debido a la variación de flujo magnético, una fuerza electromotriz (f.e.m.) se induce en el bobinado secundario: en ausencia de un campo externo, la fuerza electromotriz inducida únicamente presenta armónicos impares de la frecuencia, mientras que en presencia de campo externo aparecen armónicos pares. La amplitud del segundo armónico resulta ser proporcional a la componente del campo magnético externo paralela al eje de medida del sensor [34, 43].

Existen dos tipos de sensores fluxgate, dependiendo del ángulo formado entre el campo de excitación del primario y el eje de medida del sensor: el fluxgate *tipo-paralelo* y el fluxgate *tipo-ortogonal*. Dentro de estos dos tipos existen a su vez varias configuraciones dependiendo de la forma del núcleo magnético.

- Los fluxgates *tipo-ortogonal* son aquellos en los que el campo de excitación es perpendicular al eje de medida del sensor. Dentro de este tipo, los más comunes tienen un núcleo ferromagnético en forma de *cable* o de *tubo*. La configuración con núcleo en forma de *cable* se excita mediante una corriente que pasa a través del núcleo (figura 3.2 (a)), mientras que la configuración con núcleo en forma *tubular* se excita usando un cable que pasa a través del tubo o una espira toroidal (figura 3.2 (b)). Probablemente el primer fluxgate ortogonal fue patentado por Alldredge [44] en 1951 y más adelante, en 1979, Primdahl construyó un magnetómetro usando un fluxgate *tipo-ortogonal* [45].
- El fluxgate *tipo-paralelo*, en el que tanto el campo medido como el campo de excitación tienen la misma dirección, es el más utilizado ya que presenta mejores propiedades y prestaciones tal y como se explicará a continuación. Las principales configuraciones de este tipo de fluxgates son tres: configuración *single-rod* o en *barra*, configuración *double-rod* o en *doble barra* y configuración *ring-core* o en *anillo*.

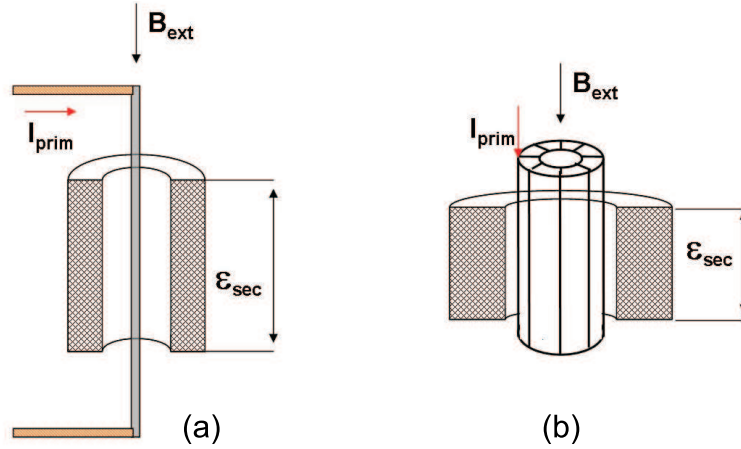


Figura 3.2. Fluxgates *tipo-ortogonal*. (a) Núcleo en forma de *cable*. (b) Núcleo en forma de *tubo*.

- Configuración *single-rod* o en *barra*: esta configuración utiliza un único núcleo magnético en forma de barra (figura 3.3 (a)) [46].
- Configuración *double-rod* o en *doble barra*: utiliza dos núcleos magnéticos paralelos en forma de barra (figura 3.3 (b)). Este tipo de fluxgate son una buena opción para reducir en gran medida el ruido de la señal del segundo armónico ya que al estar formado por dos núcleos idénticos excitados en sentidos opuestos, la inductancia mutua entre el bobinado utilizado para excitar el núcleo y el usado para la medida del campo externo es prácticamente cero [47, 48]. La gran anisotropía debida a la geometría es otra de las principales ventajas de este tipo de sensores fluxgate ya que da lugar a una gran sensibilidad. Sin embargo existen también importantes desventajas ya que los núcleos magnéticos con extremos abiertos suelen dar lugar a señales de campo más ruidosas y a un *offset* menos estable con la temperatura y el tiempo que los sensores con núcleo cerrado. Además, los núcleos abiertos son más difíciles de saturar y los sensores que los usan consumen más energía.

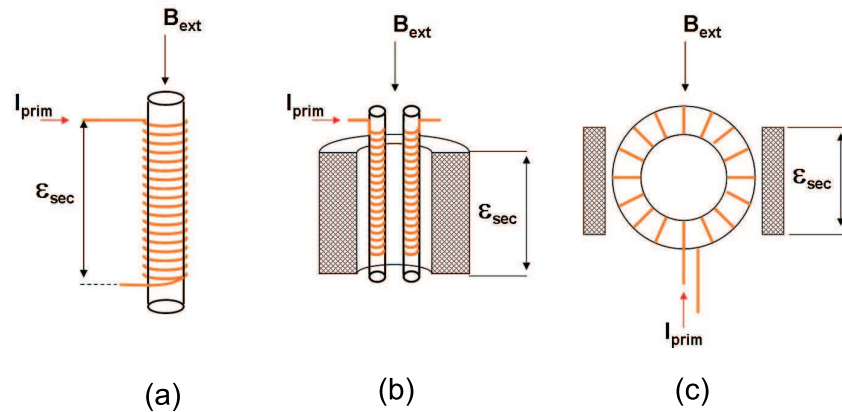


Figura 3.3. Fluxgates *tipo-paralelo*. (a) Configuración en *barra* . (b) Configuración en *doble barra*. (c) Configuración en *anillo*.

- Configuración *ring-core* o en *anillo*: esta configuración utiliza un núcleo magnético en forma toroidal (figura 3.3 (c)). Este tipo de sensores fluxgate se comenzó a estudiar en 1936 por Aschenbrenner y Goubau [49]. Los sensores con núcleo toroidal presentan importantes ventajas respecto al ruido de la señal de medida ya que las posibles tensiones mecánicas están uniformemente distribuidas en el núcleo y al carecer de extremos abiertos se suprime la contribución al ruido de los extremos. Una ventaja adicional de esta configuración, es que permite eliminar la contribución del factor desimanador en las medidas magnéticas. Este tipo de sensores fluxgate es el más utilizado actualmente debido a sus excelentes propiedades y numerosas aplicaciones.

En este capítulo el trabajo se ha realizado utilizando sensores fluxgate tipo paralelo con configuración en *anillo* o, lo que es lo mismo, con núcleo toroidal.

El tamaño del núcleo de estos sensores fluxgate toroidales es un factor importante ya que afecta a la sensibilidad del sensor [50]. En general, cuanto mayor es el diámetro mayor es la sensibilidad. Si se reduce el diámetro del núcleo, existe siempre un tamaño óptimo de las demás dimensiones para obtener las mejores prestaciones. La miniaturización de este tipo de sensores es uno de los principales objetivos para aplicaciones espaciales debido a la necesidad de reducir el tamaño y peso de las cargas útiles a embarcar a bordo de cualquier misión. Hoy en día, la combinación de técnicas microelectrónicas de fabricación, la fotolitografía y el ataque químico o reactivo han posibilitado la integración de este tipo de sensores [51, 52]. Algunos de los principales retos que presenta su miniaturización son la integración de los bobinados y la reducción del ancho de pista. Debido a que las técnicas de crecimiento en vacío no permiten superar determinados valores de espesor de material magnético, reducir el ancho de pista significa reducir la sección de los conductores. Esta reducción en la sección provoca el aumento de la resistencia de las bobinas y por consiguiente, de la potencia disipada por las mismas. Dentro de la fabricación de este tipo de sensores fluxgate, una técnica muy interesante para llevar a cabo los bobinados, que se utilizará para la realización de este trabajo, es la tecnología de circuito impreso PCB "*Print Circuit Board*" [53].

En cuanto al material que compone el núcleo magnético de este tipo de sensores hay que recordar que debe ser magnéticamente blando, es decir, fácil de imanar. Un material magnético será un buen candidato como núcleo de un sensor fluxgate cuanto menores sean su valor de campo coercitivo y cuanto mayor sea el valor de su permeabilidad. Uno de los materiales con mayor potencial para su uso en dispositivos magnéticos integrados son las aleaciones amorfas de cobalto y fósforo (CoP).

Desde su aparición a principios de los años 50, las aleaciones amorfas de CoP han sido ampliamente estudiadas, tanto en lo referente a su estructura como a sus propiedades magnéticas. El CoP presenta excelentes propiedades como material magnéticamente blando: bajo valor de campo coercitivo ($H_c = 10 - 100 \text{ A/m}$) y una alta permeabilidad magnética relativa ($>10^5$) [54]. Estas propiedades hacen del CoP un candidato óptimo para su aplicación como núcleo de sensores magnéticos [55, 56].

En relación a las propiedades magnéticas de las aleaciones de CoP, los estudios de la estructura de dominios de películas delgadas revelan la presencia de dominios en forma de banda *-stripe domains-* que indican la existencia de un eje fácil de imanación perpendicular a la superficie de las películas [57,58]. En 1980, Aroca y colaboradores comprueban experimentalmente la presencia de la anisotropía magnética perpendicular característica de este tipo de aleaciones [59]. Este hecho hace que, aunque el material sea muy blando, la permeabilidad sea baja, lo que impide que se pueda aplicar en dispositivos magnéticos. Un estudio paralelo de este tipo de aleaciones demuestra que espesores inferiores a $4\ \mu\text{m}$ presentan un eje fácil de imanación en el plano, mientras que aparece anisotropía perpendicular para espesores superiores a $10\ \mu\text{m}$, siendo la zona intermedia una zona de transición [60]. A partir de estos trabajos, el control de la anisotropía de estas aleaciones se convierte en uno de los principales objetivos ya que conseguir películas delgadas de CoP con anisotropía en el plano proporcionaría un material magnéticamente blando con muy alta permeabilidad y posibilitaría su aplicación en sensores magnéticos. En 1983 Riveiro y colaboradores consiguen controlar la anisotropía mediante recocidos con campo aplicado [61]. Sin embargo, el control de la anisotropía se consigue posteriormente en trabajos que ponen de manifiesto que la anisotropía puede ser controlada durante el proceso de electrodeposición, bien alternando capas ferromagnéticas y paramagnéticas (FM/NM) [62], ó bien alternando capas ferromagnéticas con distinta composición (FM/FM) [54,63–65]. En ambos casos, el hecho de alternar capas con distintos valores de imanación de saturación (M_s) da lugar a un gradiente de M_s a lo largo de la dirección perpendicular al plano de la superficie. La aparición de este gradiente de M_s favorece la aparición de un eje fácil en el plano de la muestra. Aunque ambos métodos dan lugar a un eje fácil en el plano, las multicapas obtenidas alternando capas ferromagnéticas con distinta composición (FM/FM), para un mismo espesor total de la muestra, poseen valores de campo coercitivo de entre 3 - 10 A/m, mientras que las multicapas del tipo FM/NM presentan campos coercitivos del orden de $\approx 30\ \text{A/m}$ [54]. Por esta razón todas las multicapas de CoP electrodepositadas que se presentan a lo largo de todo el trabajo son del tipo FM/FM.

Dado que las multicapas de CoP son por lo tanto, buenos candidatos como núcleos de sensores fluxgate [56], el objetivo del capítulo 5 es el estudio de la aplicación de multicapas de CoP como núcleo de sensores fluxgate y la optimización de las mismas con el objetivo de obtener la mejor respuesta posible en el sensor.

En 1999, Djokić abrió nuevas posibilidades de fabricación para estas aleaciones ya que presentaba la posibilidad de obtener CoP a temperatura ambiente [66]. En este trabajo Djokić presenta un estudio del efecto de la densidad de corriente en la composición de las muestras obtenidas, concluyendo que el contenido en fósforo es crucial a la hora de obtener aleaciones amorfas o aleaciones que presenten estructura cristalina. Parece pues interesante depositar aleaciones de CoP a esta temperatura usando el mismo electrolito y posteriormente llevar a cabo la caracterización magnética de las muestras, ya que esta información no aparece reflejada en el trabajo citado.

Teniendo en cuenta las propiedades de las aleaciones amorfas de CoP, en el capítulo 4 se tratará de optimizar la técnica de crecimiento y las propiedades magnéticas de películas delgadas de CoP con el objetivo de integrarlas como núcleo de sensores magnéticos tipo fluxgate. En cuanto a la optimización de la técnica de crecimiento, la electrodeposición de CoP generalmente se lleva a cabo a temperatura de 60-80°C [14-16, 67], valores que conllevan la evaporación del electrolito y por lo tanto, un cambio en su composición. Una de las opciones para evitar la degradación del electrolito es el crecimiento a temperatura ambiente. La disminución de la temperatura supone una mejora apreciable en el proceso de electrodeposición ya que evita complicaciones al no requerir un sistema calefactor y controlador de la temperatura. Además se consigue hacer desaparecer el problema del cambio de composición del electrolito al disminuir considerablemente la temperatura de crecimiento. La variación de la temperatura de crecimiento del electrolito influye en las propiedades magnéticas que presentan las películas de CoP electrodepositadas. Esta influencia será uno de los objetos de estudio del capítulo 4.

Capítulo 4

Estudio de películas delgadas de CoP

4.1. Electrodeposición a temperatura ambiente

Como se ha explicado en la introducción, en la electrodeposición de aleaciones amorfas se utilizan normalmente electrolitos a alta temperatura (60-80°C) [14–16, 67]. Esto supone un problema puesto que el electrolito se evapora durante el proceso de crecimiento cambiando su composición, pudiendo afectar por tanto a la composición final de las muestras.

Para evitar esto se ha realizado un estudio sobre la posibilidad de electrodepositar estas aleaciones a partir de electrolitos a temperatura ambiente.

4.1.1. Fabricación de muestras

Para la síntesis de las aleaciones a estudiar, partimos del trabajo de Djokić en el que utiliza un electrolito para electrodepositar muestras de CoP a temperatura ambiente [66]. La composición de este electrolito, al que nos referiremos con el nombre de electrolito *D*, se presenta en la tabla 8.7. El electrolito *D* se preparó a partir de compuestos químicos con pureza PA suministrados por *Panreac*, disolviendo los mismos en agua desmineralizada.

Compuesto químico	Concentración (g/l)
CoSO ₄ · 6H ₂ O	70
CoCl ₂ · 6H ₂ O	15
H ₃ PO ₃	25
H ₃ PO ₄	40
NaOH	hasta pH = 1.4

Tabla 4.1. Composición del electrolito *D* usado para electrodepositar CoP a temperatura ambiente.

El pH del electrolito se ajusta usando NaOH inmediatamente antes del crecimiento. Para agitar el electrolito durante el proceso de crecimiento se utilizó un agitador magnético. El crecimiento se realiza mediante control galvanostático en una celda electroquímica de dos electrodos. Como ánodo se utiliza una lámina de Co de 1 mm de espesor y 99.9% de pureza suministrada por *Goodfellow* y como cátodo dos tipos distintos de sustratos: rígidos y flexibles.

Los sustratos rígidos son obleas de Si/Ta (30 nm)/Cu (120 nm) fabricadas por *sputtering* y suministrados por *Silicon Valley Microelectronics*. Como sustrato flexible se usan láminas de cobre de 0.15 mm de espesor suministradas por *Goodfellow*. En este caso, para mejorar la superficie de crecimiento, las muestras fueron sometidas a un proceso de pulido mecánico y electroquímico antes del crecimiento. Para activar la superficie de ambos tipos de sustrato antes del crecimiento, se sumergen en H₂SO₄ al 10% y seguidamente se introducen en agua. En todos los casos la superficie de crecimiento es un cuadrado de aproximadamente 1 x 1 cm².

En cuanto al espesor de las muestras de CoP crecidas mediante la técnica de electrodeposición, hay que tener en cuenta que las variaciones entre el centro y la superficie pueden llegar a ser importantes, hasta del 50%. Estas variaciones en el espesor de las muestras son debidas a la existencia de una inhomogeneidad en la distribución de corriente en la superficie del cátodo. Se han propuesto métodos para evitar esta inhomogeneidad de corriente en el cátodo [68], pero debido a su dificultad de aplicación en el caso concreto de nuestras muestras, asumimos que el espesor no

es homogéneo y siempre que hablemos de espesor nos referiremos al espesor en el centro de las muestras.

El contenido en fósforo juega un papel fundamental en las propiedades de las aleaciones de CoP crecidas a alta temperatura (60-80°C). Cuando no supera el 10 %, la muestra es cristalina. Por encima de este valor y hasta un 30 % de fósforo la aleación es amorfa y ferromagnética. Por encima del 30 % la aleación obtenida deja de ser ferromagnética [69]. La composición de las aleaciones depende de la densidad de corriente utilizada en el proceso de electrodeposición [54, 66]. En este trabajo se han utilizado valores de densidad de corriente $j_1 = 100 \text{ mA/cm}^2$ y $j_2 = 500 \text{ mA/cm}^2$ que corresponden a aleaciones de composición $\text{Co}_{80}\text{P}_{20}$ y $\text{Co}_{90}\text{P}_{10}$.

4.1.2. Influencia de la temperatura de crecimiento

Para este estudio se fabrican muestras sobre sustratos rígidos y flexibles, utilizando una densidad de corriente de 100 mA/cm^2 durante 5 minutos, obteniendo de este modo un espesor total de $1.5 \text{ }\mu\text{m}$. Se utilizan temperaturas de crecimiento entre temperatura ambiente y $80 \text{ }^\circ\text{C}$.

Las muestras crecidas a temperatura ambiente sobre sustrato rígido presentan fracturas, grietas y burbujas en la superficie, como se puede observar en las figuras 4.1 (a) y 4.1 (b), mientras que las crecidas sobre sustrato flexible no presentan grietas ni fracturas, aunque sí aparecen estrías y burbujas (figuras 4.1 (c) y 4.1 (d)). Dichas estrías y burbujas pueden estar causadas por el desprendimiento de hidrógeno, que es particularmente intenso en los procesos de electrodeposición de CoP. En el caso de los sustratos rígidos, sólo se consiguen muestras sin superficie fracturada a partir de $55 \text{ }^\circ\text{C}$. Las figuras 4.2 (a) y (b) muestran la superficie de muestras crecidas sobre sustrato rígido a $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y $80 \text{ }^\circ\text{C}$ respectivamente. Puede comprobarse como las grietas y fracturas que aparecen al crecer a temperatura ambiente desaparecen al elevar la temperatura de electrodeposición.

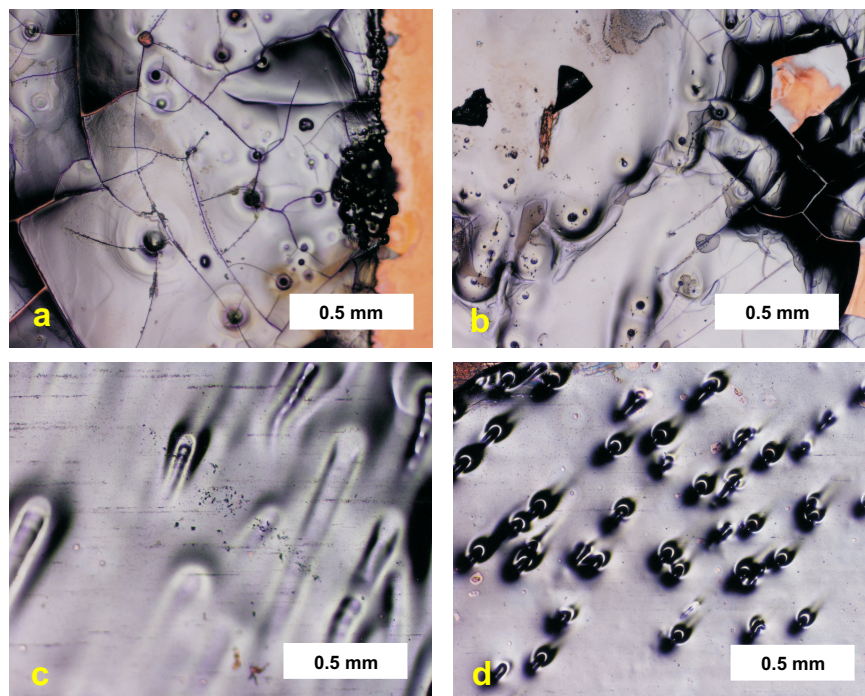


Figura 4.1. Imágenes de la superficie de diferentes muestras de CoP crecidas con el electrolito *D*. Las imágenes están tomadas usando un microscopio óptico: (a) y (b) muestras crecidas sobre sustrato rígido. (c) y (d) muestras crecidas sobre sustrato flexible.

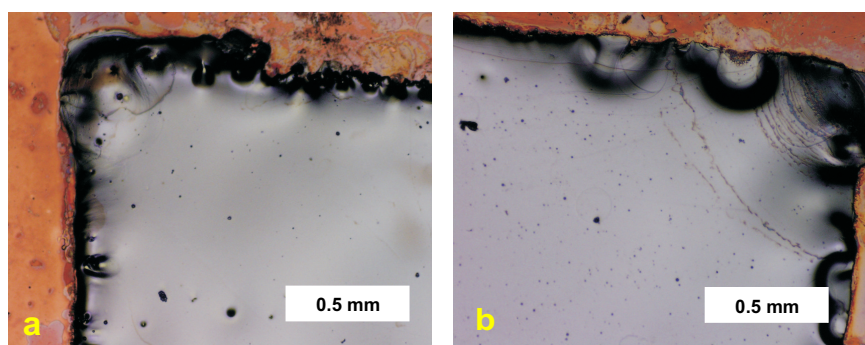


Figura 4.2. Superficie de muestras de CoP crecidas sobre sustrato rígido a 60 °C (a) y 80 °C (b).

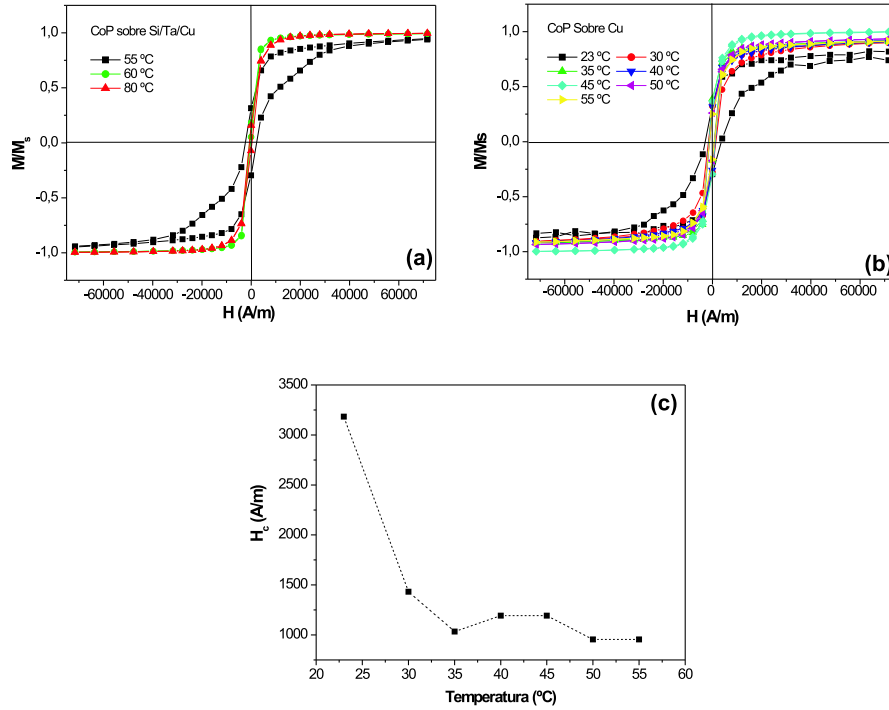


Figura 4.3. (a) Ciclos de histéresis normalizados de las muestras crecidas sobre sustrato rígido, (b) sustrato flexible para distinta temperatura de crecimiento y (c) variación del campo coercitivo con la temperatura de crecimiento para muestras crecidas sobre sustrato flexible.

La figura 4.3 muestra los ciclos de histéresis de las aleaciones crecidas sobre sustrato rígido 4.3 (a) y flexible 4.3 (b). En las muestras crecidas sobre sustrato rígido, el valor de campo coercitivo disminuye de 2400 a 240 A/m a partir de 60°C, valor próximo a los observados en este tipo de muestras crecidas a 80°C con otros electrolitos [60,62]

Por otro lado, como se puede ver en la figura 4.3 (c), en las muestras crecidas sobre sustrato flexible el valor de campo coercitivo disminuye de 3200 a 950 A/m para las muestras crecidas en el rango de temperaturas de 23 a 35°C. A partir de 35 °C se obtienen valores de campo coercitivo que, aunque siguen siendo mayores, se acercan mucho más a los que presentan las aleaciones de CoP crecidas a alta temperatura

(80°C) y que son del orden de 10 - 100 A/m. En el rango de 35°C a 55°C el campo coercitivo se mantiene prácticamente constante con pequeñas variaciones en torno al valor obtenido para 35°C.

Esta disminución del campo coercitivo, tanto para muestras crecidas sobre sustrato rígido como flexible, es debida a que el aumento de temperatura favorece el desprendimiento de H₂ gas de la muestra [21], haciendo que se reduzcan las tensiones internas inducidas [18, 23]. Este aumento en la temperatura hace posible crecer sobre sustratos rígidos utilizando el electrolito *D*. La electrodeposición a temperatura ambiente por lo tanto, produce tensiones internas en las muestras, que los sustratos flexibles son capaces de absorber, al menos en parte, pero no así los sustratos rígidos.

4.1.3. Influencia del pH

Para investigar la influencia del hidrógeno producido durante el proceso de electrodeposición en la propiedades magnéticas de las aleaciones de CoP se electrodepositan una serie de muestras usando electrolitos con distinto pH. Las muestras se crecen a temperatura ambiente y sobre sustrato flexible, utilizando una densidad de corriente de 100 mA/cm² durante 5 minutos (espesor 1.5 μm).

La variación del pH produce cambios en la composición de las aleaciones. La figura 4.4 recoge el contenido en fósforo de las muestras en función del pH del electrolito. La composición de las muestras, usando electrolitos con pH menor que 1.0 es aproximadamente Co₈₀P₂₀. Cuando el pH es superior a 1.0 el contenido en fósforo decrece hasta el 12 %. Estas variaciones concuerda con los resultados publicados por Fukunaka y colaboradores en aleaciones de CoP crecidas con un electrolito similar sobre sustratos cilíndricos [16].

La disminución de la cantidad de P presente en las muestras se debe al hecho de que al aumentar el pH, disminuye la concentración de iones H⁺ en la disolución. Como se explicó en el apartado de técnicas experimentales, la disminución de esta concentración influye en la cantidad de P que se incorpora a la red de Co, siendo mayor cuanto más elevada sea la concentración de iones H⁺.

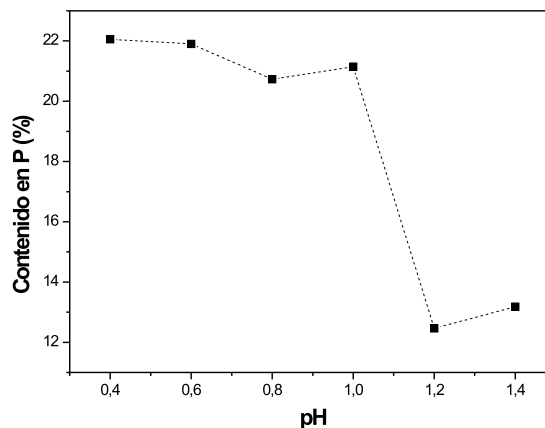


Figura 4.4. Contenido de fósforo en función del pH del electrolito utilizado durante el proceso de electrodeposición.

Los ciclos de histéresis de algunas de las muestras crecidas se muestran en la figura 4.5, figura que también recoge la variación del valor de campo coercitivo y del momento magnético total de las aleaciones en función del pH. Dado que para valores de $\text{pH} < 1$ el contenido en fósforo que presentan las muestras es prácticamente constante, el pequeño incremento del valor de momento magnético total que tiene lugar al ir aumentando el pH hasta $\text{pH} = 1.0$ puede estar relacionado con un incremento en la eficiencia de la electrodeposición debido a la disminución de iones H^+ en la disolución. Sin embargo, el incremento del valor de momento magnético es pequeño, lo que significa que la eficiencia es prácticamente independiente del pH en esa zona.

El incremento del valor de momento magnético para valores de pH superiores a 1.0 es principalmente debido al cambio en composición de las muestras obtenidas. Una reducción en el contenido en fósforo produce un incremento en el valor de la imanación de saturación y, por lo tanto, en el del momento magnético total de las muestras de CoP [54].

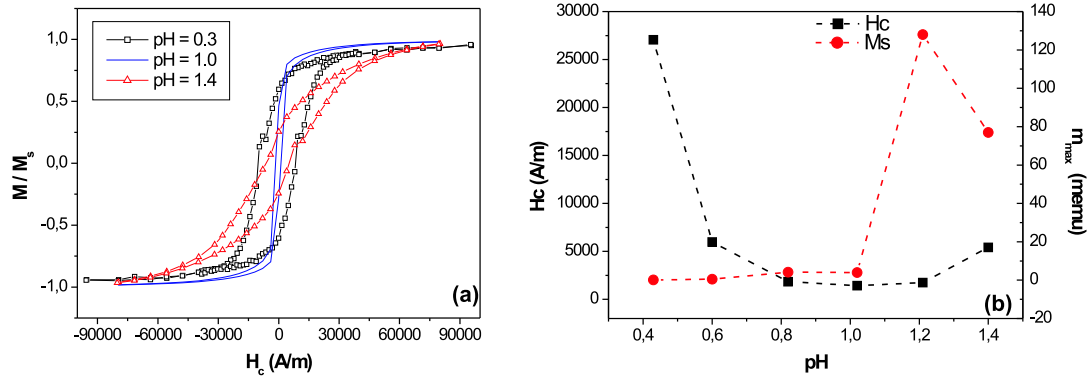


Figura 4.5. (a) Ciclos de histéresis de muestras crecidas mediante electrolitos a temperatura ambiente con diferentes valores de pH. (b) Variación de los valores de campo coercitivo e imanación de saturación en función del pH.

Respecto a la variación del valor de campo coercitivo con el pH, hay que hacer notar que los valores obtenidos son mayores que los obtenidos al crecer CoP a 80°C [60], que son valores del orden de 10 - 100 A/m. Aparece también un incremento en el valor de campo coercitivo cuando el pH se reduce. La reducción de pH, tal y como se explicó anteriormente, favorece la producción de hidrógeno gas, de modo que lo que se observa es que, al aumentar la concentración de iones de hidrógeno desprendido, aumenta el valor de campo coercitivo. Es decir, cuanto mayor sea la concentración de iones de hidrógeno desprendidos, mayor será la anisotropía inducida por tensiones, y por lo tanto mayor el valor del H_c que se obtiene en las muestras. Por lo tanto, este trabajo refuerza la teoría del aumento de las tensiones internas inducidas por el hidrógeno que se incorpora a la muestra durante el crecimiento [23].

El pequeño incremento del valor de campo coercitivo cuando aumenta el pH por encima de 1.0 es debido al cambio en la composición del que se ha hablado anteriormente. Medidas realizadas previamente en muestras de CoP crecidas a 80°C, muestran que una reducción en el contenido de fósforo produce un incremento en el valor de campo coercitivo [70], lo que coincide con lo que se observa en estas muestras.

4.1.4. Tratamiento térmico

Mediante un tratamiento térmico es posible relajar las tensiones inducidas en las aleaciones durante el crecimiento.

Para llevar a cabo este estudio, se crecen muestras utilizando el electrolito con $\text{pH} = 1.0$ a temperatura ambiente y utilizando una densidad de corriente $j_1 = 100 \text{ mA/cm}^2$, que es la que da lugar a un mayor contenido en P en las muestras. Un mayor contenido en fósforo contribuye a disminuir la anisotropía debida a la presencia de Co y por lo tanto reduce el valor de campo coercitivo.

El procedimiento a seguir es el siguiente: se crecen muestras con distinto espesor con el fin de buscar un espesor adecuado para que el campo coercitivo sea lo más bajo posible y posteriormente, se somete la muestra con menor H_c a tratamientos térmicos para intentar reducir todo lo posible las tensiones internas.

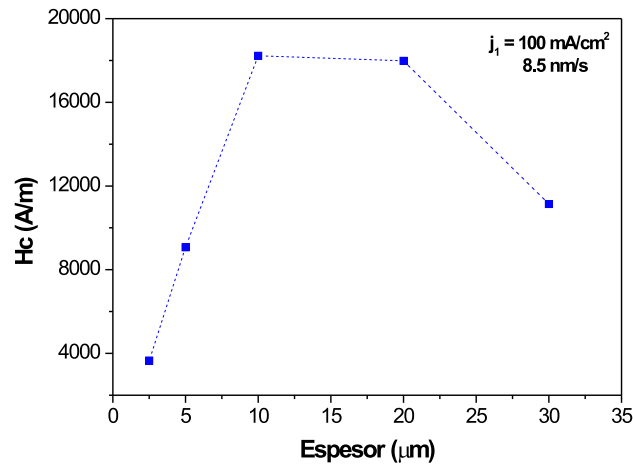


Figura 4.6. Variación del valor de campo coercitivo en función del espesor para muestras crecidas con una densidad de corriente de j_1 . Todas las muestras están crecidas sobre sustrato flexible.

La figura 4.6 muestra la variación del valor de campo coercitivo en función del espesor. Las muestras presentan valores de campo coercitivo que se encuentran entre 3700 y 18300 A/m. La muestra que menor valor de campo coercitivo presenta es

la crecida con un espesor de $2.5 \mu\text{m}$. A continuación, se procede a crecer varias muestras idénticas a esta muestra. Una vez crecidas, y partiendo de que todas están electrodepositadas bajo las mismas condiciones, se somete cada una de ellas a un tratamiento térmico de distinta duración.

La temperatura de cristalización de las aleaciones de CoP depende de su contenido en fósforo. En el caso de las aleaciones crecidas en este trabajo, la temperatura de cristalización es superior a 270°C [71]. Por lo tanto, los recocidos se realizan en el rango de temperatura de 100 a 220°C . Si la muestra cristaliza se produce un gran aumento en el valor del campo coercitivo debido a la aparición de la anisotropía cristalina, dejando de ser un material magnéticamente blando.

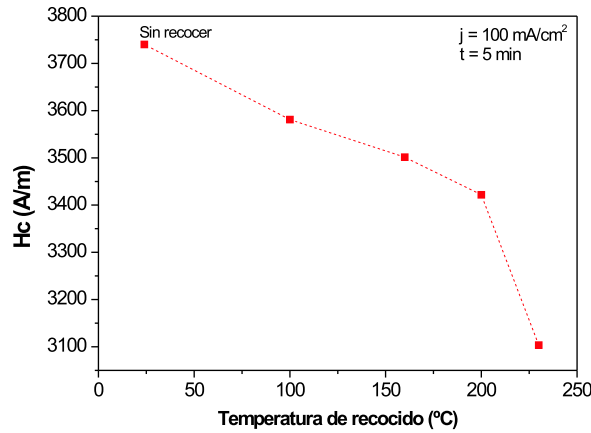


Figura 4.7. Variación del campo coercitivo en función de la temperatura de recocido para muestras crecidas sobre sustrato flexible durante 5 minutos, con una densidad de corriente de j_1 .

En la figura 4.7 se muestra la evolución del campo coercitivo con la temperatura de recocido. Se observa que la disminución es muy pequeña, pasando de valores de campo coercitivo de 3740 A/m a 3100 A/m . Esto es debido a que las temperaturas de recocido no son elevadas de manera que el efecto de la relajación de tensiones internas en las muestras es pequeña. Por lo tanto, los tratamientos térmicos no consiguen reducir el valor del campo coercitivo de manera significativa.

4.1.5. Conclusiones

La electrodeposición de CoP a temperatura ambiente no es adecuada en el caso de que sea necesario utilizar sustratos rígidos: las tensiones que aparecen en la muestra durante el proceso de electrodeposición no pueden ser absorbidas por el sustrato y producen la fractura de la muestra. Estas tensiones se pueden evitar usando sustratos flexibles o incrementando la temperatura del electrolito. Existe una clara relación entre el pH del electrolito y el campo coercitivo: el campo coercitivo aumenta cuando el pH disminuye. Estos efectos son debidos a la producción de hidrógeno gas durante la electrodeposición. El hidrógeno da lugar a tensiones internas en las aleaciones provocando un incremento en el valor del campo coercitivo. Además el pH influye en la composición de las muestras obtenidas y por lo tanto, en el valor del campo coercitivo.

Se han intentado optimizar las propiedades magnéticas de las muestras crecidas sobre sustrato flexible sometiendo las muestras a tratamientos térmicos para estudiar la disminución de los valores del campo coercitivo por medio de la posible relajación de tensiones. Se ha comprobado que no se consigue una disminución apreciable del campo coercitivo mediante los tratamientos térmicos a los que se han sometido las muestras, posiblemente debido a que la temperatura de los recocidos es demasiado baja. No se pueden utilizar temperaturas superiores debido a que hay que evitar la posible cristalización de las muestras.

Teniendo en cuenta todo lo explicado, se puede concluir que la electrodeposición a temperatura ambiente no es una buena técnica para la integración de CoP en sensores magnéticos.

4.2. Electrodeposición de multicapas de CoP

Como se explicó en la introducción, el objetivo principal de este primer bloque es integrar películas de CoP como núcleo de un sensor fluxgate con núcleo toroidal. Los sensores fluxgate que nos ocupan son sensores planares. Una vez descartada la electrodeposición a baja temperatura, se procede a crecer multicapas de CoP, por las razones ya descritas, mediante un electrolito muy similar al propuesto por Brenner [15] usado para crecimientos de CoP a 80 °C.

4.2.1. Fabricación de muestras

La composición del electrolito utilizado para el crecimiento, al que nos referiremos con el nombre de electrolito *B*, se presenta en la tabla 4.2.

Compuesto químico	Concentración (g/l)
CoCO ₃	39.4
CoCl ₂ · 6H ₂ O	181
H ₃ PO ₃	65
H ₃ PO ₄	50

Tabla 4.2. Composición del electrolito usado para electrodepositar CoP a alta temperatura (80 °C).

El proceso de electrodeposición se lleva a cabo a una temperatura de 80 °C. Como ánodo se utiliza una lámina de cobalto de 1 mm de espesor y 99.9% de pureza suministrada por *Goodfellow*. Para el proceso de crecimiento se utiliza una señal cuadrada formada por 2 periodos de amplitud positivas como la que se presenta en la figura 4.8, con valores de densidad de corriente $j_1 = 100 \text{ mA/cm}^2$ y $j_2 = 500 \text{ mA/cm}^2$ y duración $t_1 = 9.4 t_2$. Estos valores de densidad de corriente dan lugar a multicapas de CoP con composición Co₇₆P₂₄/Co₈₅P₁₅.

Puesto que los sensores que se pretende desarrollar en este trabajo son sensores con un núcleo en forma toroidal, las aleaciones de CoP se electrodepositan sobre un sustrato con esta forma. Por lo tanto, como cátodo se utilizan sustratos de

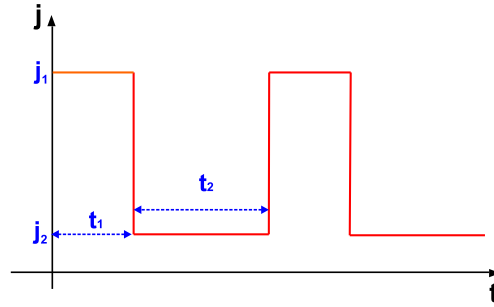


Figura 4.8. Pulsos de densidad de corriente utilizados durante el crecimiento de las muestras.

cobre en forma de anillo, fabricados mediante tecnología de circuito impreso (PCB-*Printed Circuit Board*) (figura 4.9). Antes de introducir el sustrato en el electrolito, se sumerge en H_2SO_4 al 10 % y se enjuaga con agua para eliminar una posible capa de óxido y activar la superficie de crecimiento.



Figura 4.9. Sustratos fabricados sobre placas PCB sobre los que se electrodepositan las películas de CoP.

El espesor total es el mismo para todas las muestras, $30\ \mu\text{m}$, variando en cada muestra el espesor de las capas que forman la multicapa. El espesor de las capas varía desde 10 hasta 100 nm, tal y como se muestra en la tabla 4.3. Una vez concluido el proceso de crecimiento del material magnético sobre el sustrato, la muestra se limpia con agua y se seca mediante N_2 para eliminar los restos de electrolito de la superficie.

Para conseguir el bobinado primario alrededor del núcleo, una vez crecido el material magnético, se conectan las caras externas del circuito primario, de modo

Tabla 4.3. Muestras crecidas con sus características. t es el espesor de cada capa y N es el número de bicapas $\text{Co}_{76}\text{P}_{24}/\text{Co}_{85}\text{P}_{15}$ que forman la multicapa.

muestra	A	B	C	D	E	F	G
$t(\text{nm})$	10	15	20	40	50	60	100
N	1500	1000	750	377	300	250	150

que el material magnético quede en el interior. Posteriormente se bobina un secundario detector alrededor del núcleo compuesto por 40 espiras, utilizando hilo de Cu barnizado de 0.1 mm de diámetro, para lo cual se practica un taladro en el centro del dispositivo. El aspecto final de las muestras se corresponde con el de la figura 4.10.

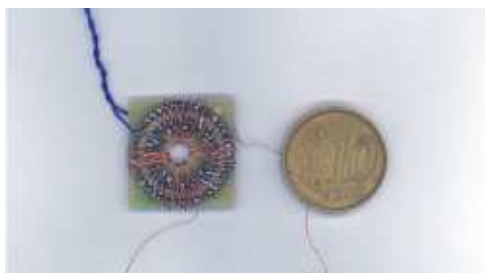


Figura 4.10. Aspecto que muestra el sensor una vez soldado el primario y bobinado el secundario a través del orificio taladrado en su centro.

4.2.2. Influencia de la frecuencia del campo aplicado

En esta sección se llevará a cabo un estudio del campo coercitivo y del campo de propagación en las diferentes multicapas, en función de la frecuencia del campo excitador. El método usado para medir el campo de propagación H_p , se describe en el capítulo de técnicas experimentales (sección 2.4.4). Las medidas de H_p fueron realizadas en un rango de frecuencias comprendido entre 5 Hz y 50 kHz mientras que para las medidas del campo coercitivo H_c el rango de frecuencias se encuentra entre 40 Hz y 50 kHz.

Resultados: medidas de H_p

En la figura 4.11, aparece la variación del campo de propagación con la frecuencia ($H_{p,f}$). Como se puede ver en la gráfica, $H_{p,f}$ crece ligeramente a baja frecuencia hasta estabilizarse para una frecuencia en torno a los 10 Hz y se mantiene constante hasta los 500 - 700 Hz, momento en el que vuelve a crecer a medida que aumenta la frecuencia. Se denominará campo de propagación H_p al valor del campo de propagación dependiente de la frecuencia $H_{p,f}$, en la región en la que dicho valor no cambia con la frecuencia (figura 4.11). Este valor se corresponde con el valor de campo para el cual las paredes se desenganchan instantáneamente de los defectos.

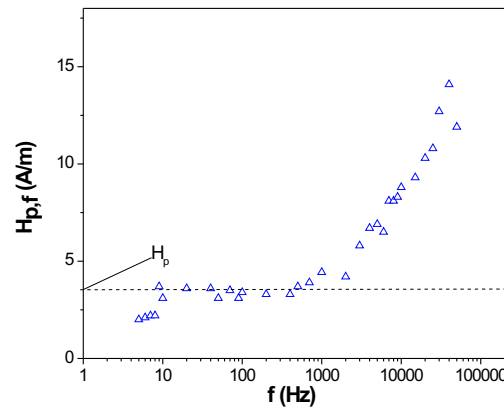


Figura 4.11. Variación de $H_{p,f}$ en función de la frecuencia.

A partir de una determinada frecuencia, H_p comienza a aumentar de nuevo debido a las corrientes inducidas que aparecen en el material. El CoP es un material conductor y por lo tanto, al aumentar la frecuencia del campo de excitación aparecen corrientes inducidas en el material. Al aparecer estas corrientes, que se oponen al campo aplicado, es energéticamente más costoso desplazar una pared y hay que aplicar un campo mayor para conseguirlo. Esto da lugar al incremento observado del valor del campo de propagación. En la región de bajas frecuencias la disminución en el valor de $H_{p,f}$ puede explicarse como consecuencia de fluctuaciones térmicas. Cuando se aplica un campo magnético débil, menor que H_p pero cercano al mismo,

existe una probabilidad no nula de que la pared de un dominio tenga suficiente energía como para desengancharse debido a la energía térmica. Esta probabilidad aumenta con el tiempo durante el cual se mantiene aplicado el campo magnético. Por lo tanto, para valores bajos de frecuencia las paredes pueden llegar a desengancharse de los dominios para campos magnéticos ligeramente inferiores a H_p .

En la figura 4.12 aparece representado el campo de propagación como función del número de bicapas en la multicapa (N). El campo de propagación H_p aumenta con el número de capas presentes en la muestra o, lo que es lo mismo, cuando disminuye el espesor de cada capa, manteniendo el espesor total constante en $30 \mu\text{m}$. Hay una clara relación lineal entre el número de bicapas N y el campo de propagación H_p . Esta relación lineal parece indicar que las intercaras entre capas con distinta composición actúan como centros de anclaje de paredes magnéticas. Este tipo de muestras presentan paredes de Bloch [72] y, por tanto al girar la imanación fuera del plano en las paredes de dominio, aparece una densidad superficial de carga magnética en las intercaras ($\sigma_m = \Delta M_s$) debida a la diferencia de imanación de saturación existente entre las capas de distinta composición. Estas zonas con presencia de densidad de carga magnética actúan como zona de anclaje para las paredes de los dominios. Teniendo en cuenta que todas las multicapas están formadas por bicapas con la misma composición ($\text{Co}_{76}\text{P}_{24}/\text{Co}_{85}\text{P}_{15}$), la densidad de polos es la misma en todas las intercaras y, por lo tanto, el número de zonas de anclaje aumenta linealmente con N . Es decir, es más difícil mover una pared a lo largo de la multicapa, y por lo tanto mayor será el campo que es necesario aplicar para moverla. Las intercaras entre capas son por tanto la principal fuente de anclaje para las paredes de los dominios en estas aleaciones.

La muestra G no presenta el mismo comportamiento respecto al campo de propagación H_p . La imagen obtenida por técnica Bitter de la distribución de dominios magnéticos (figura 4.13 (a)), muestra una estructura de dominios tipo *stripe* débiles (señalada por la flecha).

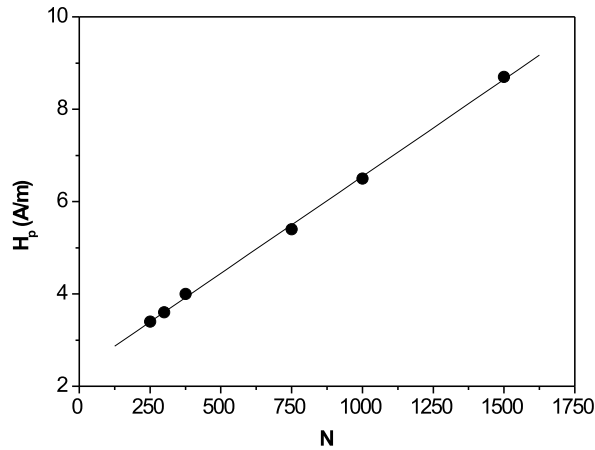


Figura 4.12. Campo de propagación como función del número de bicapas en la multicapa (N), y ajuste lineal para todas las muestras excepto para la muestra G

Puesto que la presencia de dominios tipo *stripe* es propia de muestras con imanación perpendicular a la superficie de la muestra se puede concluir que en la muestra G hay una pequeña componente de anisotropía perpendicular, lo que da lugar a una contribución adicional al anclaje total de las paredes, y por lo tanto aumenta el valor de H_p .

Para muestras con espesor de capa mayor de 100 nm, esta contribución a la anisotropía perpendicular debería ser cada vez mayor ya que, al aumentar el espesor de las capas que conforman la multicapa, las muestras se parecen cada vez más a muestras con estructura de una única capa. Estas estructuras monocapa presentan una clara anisotropía perpendicular a la superficie de la muestra. La figura 4.13 (b) presenta la imagen obtenida mediante técnica Bitter de una muestra crecida con 500 nm de espesor de capa. La superficie de esta muestra presenta dominios tipo *stripe* claramente diferenciables, lo que indica una fuerte contribución a la anisotropía en la dirección perpendicular a la superficie de la muestra. Para comparar, se presentan también las imágenes obtenidas por técnica Bitter de la superficie de las multicapas crecidas con espesor de capa de 15 nm y 10 nm. El tamaño de todas las imágenes es de $100 \times 80 \mu\text{m}^2$. Como se observa en la figura 4.14 (a) y (b), la superficie de la

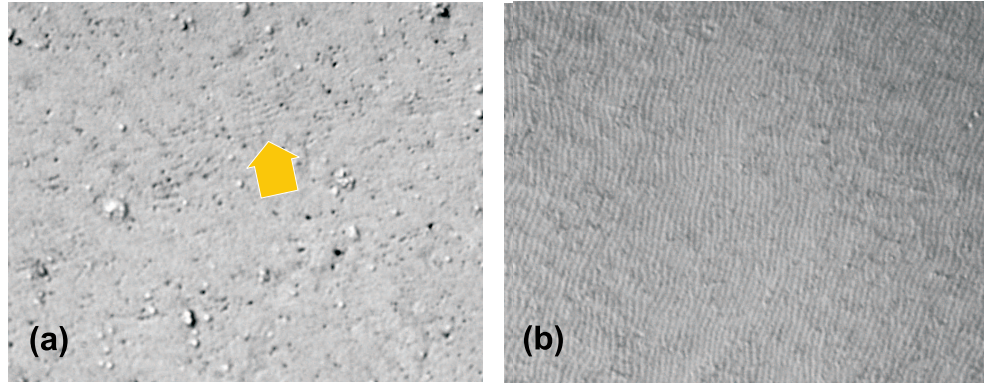


Figura 4.13. Imágenes obtenidas mediante técnica Bitter de la distribución de dominios magnéticos de las muestras (a) G (100 nm de espesor de capa), (b) crecida con 500 nm de espesor de capa. El tamaño de las imágenes es de $100 \times 80 \mu\text{m}^2$.

multicapa crecida con 15 nm de espesor de capa ya no presenta dominios tipo *stripe* sino que se aprecia la presencia de paredes de dominios que cambian de posición al aplicar un campo magnético débil paralelo a la superficie de la muestra. En la multicapa de 10 nm de capa, representada en la figura 4.14 (c) y (d), se observa también la presencia de paredes de dominios que se desplazan con el campo aplicado.

De esta manera se puede concluir que, para espesores de capa de hasta 100 nm, la anisotropía de las multicapas está en el plano, mientras que, a partir de 100 nm comienza a aparecer una contribución a la anisotropía perpendicular, que aumenta con el espesor de la capa. Por lo tanto, se confirma que estas multicapas con espesor de capa alto tienen una componente de anisotropía fuera del plano, y esto hace que H_p aumente.

Resultados: medidas de H_c

Se han realizado medidas del campo coercitivo en función de la frecuencia (figura 4.15 (a)) para valores de frecuencia superiores a 1 kHz. Esta gráfica refleja un comportamiento muy parecido para todas las muestras, independientemente del número de bicapas. La variación se ajusta a una relación del tipo $H_c = \Lambda f^\alpha$. Los valores de Λ y α aparecen en la tabla 4.4.

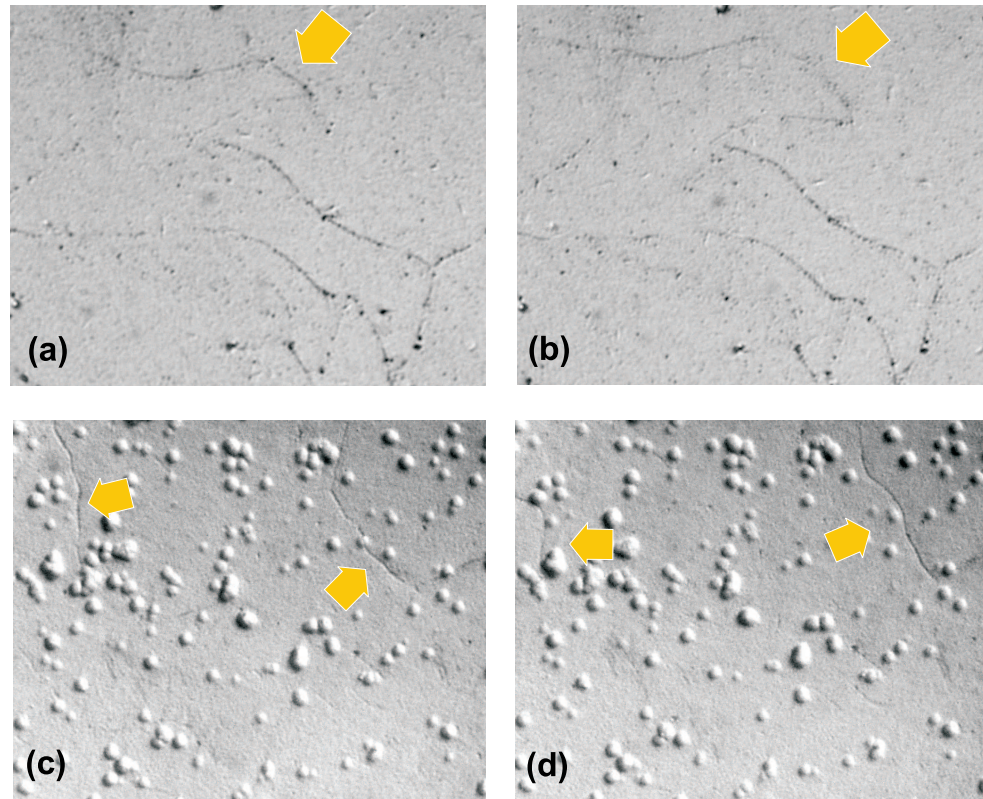


Figura 4.14. Imágenes obtenidas mediante técnica Bitter de la estructura de dominios magnéticos de las muestras crecida con 15 nm (a) y (b) y con 10 nm (c) y (d) de espesor de capa. (a) y (c) Imágenes obtenidas antes y (b) y (d) después, de aplicar un campo paralelo a la superficie de la muestra. El tamaño de las imágenes es de $100 \times 80 \mu\text{m}^2$.

Muestra	A	B	C	D	E	F	G
Λ	1.08	0.60	0.15	0.47	0.69	0.42	0.61
α	0.50	0.55	0.68	0.55	0.54	0.58	0.55

Tabla 4.4. Valores obtenidos experimentalmente de Λ y de α para todas las muestras.

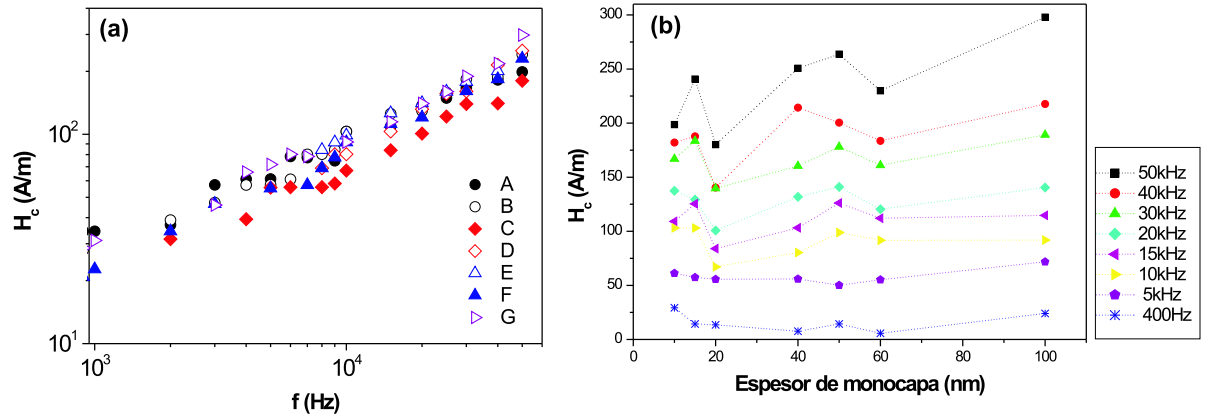


Figura 4.15. (a) Valor de campo coercitivo en función de la frecuencia para frecuencias superiores a 1 kHz. (b) Valor de campo coercitivo en función del espesor de las capas para distintas frecuencias.

Esta dependencia coincide con la propuesta por Gyorgy [73]

$$H_c = (\pi f H_0 \beta L / M_s)^{1/2}$$

donde f es la frecuencia, β es la constante de amortiguamiento o *damping*, L es la distancia media entre paredes magnéticas, H_0 es el campo aplicado, y M_s el valor de la imanación de saturación. El origen de esta dependencia es el amortiguamiento presente en el material debido a la aparición de corrientes inducidas que se oponen al campo aplicado. Según el modelo de Gyorgy, el exponente de la frecuencia α debe ser 0.5, valor muy similar al obtenido experimentalmente.

Se observa por lo tanto, que el comportamiento es prácticamente independiente del número de bicapas de cada muestra. Esto puede observarse también en la figura 4.15 (b). Se puede concluir que el valor de campo coercitivo permanece constante, dentro de la resolución de nuestro experimento, con el espesor de las bicapas que forman las diferentes multicapas.

Para valores de frecuencia superiores a 1 kHz los procesos de imanación de las aleaciones están controlados por la aparición de corrientes inducidas. La magnitud

de estas corrientes depende fundamentalmente de la resistividad de las aleaciones, que en este caso es la misma para todas ellas independientemente del número de bicapas, lo que hace que el comportamiento sea el mismo para todas las muestras.

4.2.3. Magnetostricción

La magnetostricción de diferentes multicapas de CoP fue estudiada en colaboración con el Dr. David Ciudad y forma parte del trabajo desarrollado en su tesis doctoral [74].

En este trabajo se fabrican multicapas del tipo, $\text{Co}_{74}\text{P}_{26}$ y $\text{Co}_{83}\text{P}_{17}$, y se estudia la influencia del espesor de las diferentes capas, manteniendo constante el espesor total de las muestras. Se utilizan sustratos de cobre de $24 \times 5 \times 0.15 \text{ mm}^3$. El espesor de las capas que forman las distintas multicapas varía entre 10 nm y $5 \mu\text{m}$, manteniendo el espesor total de las muestras constante en $10 \mu\text{m}$. Como ánodo se usa una lámina de Co de 99.9 % de pureza. La electrodeposición de las muestras se lleva a cabo para dos orientaciones distintas del sustrato en el interior del electrolito. Éstas dos formas distintas de electrodeposición se denominan electrodeposición vertical y electrodeposición horizontal, y se encuentran representadas en la figura 4.16.

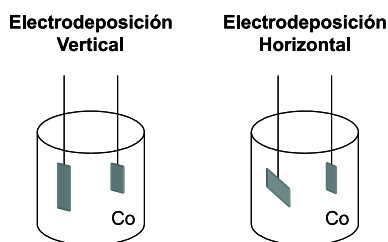


Figura 4.16. Electrodeposición vertical y horizontal de las muestras crecidas.

Las medidas de magnetostricción se llevan a cabo mediante el sistema que se presenta en el apartado 2.4.5 del capítulo de técnicas experimentales.

Al aplicar un campo magnético sobre un material magnético desimanado, aparecen variaciones en su longitud tanto en la dirección del campo aplicado, como en la dirección perpendicular [75]. En primera aproximación se puede suponer que el volumen total de la muestra permanece constante.

A la deformación relativa a lo largo de la dirección longitudinal, cuando se aplica un campo magnético de saturación paralelo al plano de la superficie de la muestra y a lo largo de su dirección longitudinal, la llamaremos λ_l . Si por el contrario, el campo de saturación es aplicado paralelo a la superficie de la muestra pero a lo largo de la dirección transversal de la misma, a la deformación relativa a lo largo de la dirección longitudinal de la muestra (la única que se puede medir usando el sistema de medida citado), la llamaremos λ_t . Si se asume una anisotropía isotropa en el plano, λ_l debería coincidir con el doble de λ_t , es decir: $\lambda_l = 2\lambda_t$.

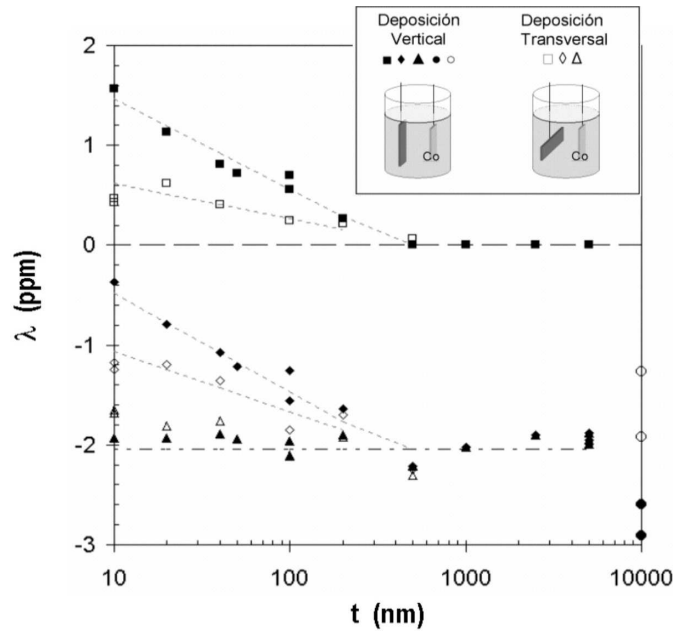


Figura 4.17. Constante de magnetostricción frente al espesor de la capa t . Los triángulos representan el valor de la magnetostricción total (λ), los rombos el de λ_l y los cuadrados el de λ_t . Los círculos negros y blancos representan la magnetostricción total λ de las monocapas $\text{Co}_{83}\text{P}_{17}$ y $\text{Co}_{74}\text{P}_{26}$ respectivamente ($t=10 \mu\text{m}$). La línea discontinua se presenta únicamente como una guía visual.

Los valores de magnetostricción obtenidos mediante este sistema de medida se presentan en la figura 4.17. Para monocapas de CoP con $10 \mu\text{m}$ de espesor y de composición $\text{Co}_{83}\text{P}_{17}$ y $\text{Co}_{74}\text{P}_{26}$, estos valores son $(-2.75 \pm 0.20) \times 10^{-6}$ y

$(-1.6 \pm 0.30) \times 10^{-6}$ respectivamente (círculos negros y blancos en $t = 10000$ de la gráfica de la figura 4.17). Para la multicapa se obtiene un valor de magnetostricción total λ de $(-2.0 \pm 0.1) \times 10^{-6}$, valor muy cercano al valor medio de los valores de magnetostricción de las monocapas utilizadas. Cuando el espesor de las capas que forman las diferentes multicapas disminuye, tanto el valor de λ_l como el de λ_t experimentan un cambio. Este cambio es mayor para las muestras depositadas verticalmente. La posición del sustrato durante el crecimiento parece ser, por tanto, crítica para el comportamiento de la anisotropía direccional.

La magnetostricción total que presentan este tipo de muestras es negativa tal y como se puede comprobar en la gráfica 4.17. Para las muestras depositadas verticalmente, λ_l tiende a cero para las multicapas con capas más delgadas, mientras que λ_t aumenta de valor para las mismas muestras, hasta alcanzar valores máximos de 1.6×10^{-6} . Esto significa que para las multicapas depositadas verticalmente, cuando las capas se hacen más delgadas, la anisotropía tiende al plano, principalmente a lo largo de la dirección del cantiléver. Tal y como se explicó anteriormente, si se asumía una anisotropía isótropa en el plano, λ_l debería coincidir con el doble de λ_t . Teniendo en cuenta que este hecho no se comprueba experimentalmente, se refuerza la explicación anterior de que existe una dirección preferencial para la anisotropía en el plano de la muestra cuando las capas que forman la multicapa son delgadas.

Por otro lado, si las multicapas se depositan horizontalmente, tanto el valor de λ_l como el de λ_t , se ven menos afectados por la variación del espesor de las capas. En este caso la anisotropía tiende también al plano, pero a diferencia del caso anterior parece tener una dirección preferencial a lo largo del ancho del cantiléver. La razón que da lugar a esta dependencia en la dirección de la anisotropía de la geometría de la electrodeposición no está muy clara, aunque parece tener que ver con el flujo de burbujas de hidrógeno presentes durante el proceso de electrodeposición de este tipo de aleaciones.

4.2.4. Conclusiones

Se ha estudiado la variación del valor de campo de propagación H_p y del valor de campo coercitivo H_c con la frecuencia y con el número de bicapas para muestras del mismo espesor total. Se ha encontrado una relación lineal entre el número de bicapas que conforman la multicapa (N) y el valor de campo de propagación que presentan dichas muestras de forma que de H_p aumenta con N . Al aumentar el número de bicapas, aumenta el número de intercaras que actúan a su vez como zona de anclaje de paredes de dominio (paredes de Bloch). En cuanto al campo coercitivo, se ha comprobado que su valor aumenta con la frecuencia, lo que coincide con el modelo propuesto por Gyorgy, pero no se ve afectado por el número de capas que forman la multicapa (para el rango de frecuencias utilizado), ya que H_c permanece constante con N dentro de la resolución de nuestro experimento.

Para frecuencias bajas ($f < 1$ kHz) los procesos de imanación están determinados por el campo de propagación H_p . Por tanto para aplicaciones de baja frecuencia, N debe ser lo menor posible pero suficientemente grande para que no aparezca una contribución importante a la anisotropía fuera del plano.

A frecuencias altas ($f > 1$ kHz), el valor de N no afecta de manera significativa a la respuesta magnética del material ya que los procesos de imanación comienzan a estar determinados por el valor de H_c , que es independiente del número de bicapas.

Para concluir el estudio de las multicapas, se observa un valor para la magnetostricción de saturación que se encuentra entre el valor de la magnetostricción de los dos materiales que conforman cada bicapa y que es independiente del espesor de las capas t , y por tanto independiente del valor de N .

Capítulo 5

Sensores fluxgate

Como se ha explicado en la introducción, el objetivo de este bloque es fabricar sensores fluxgate cuyo núcleo esté formado por multicapas de CoP como las estudiadas en el capítulo anterior. En el capítulo 4, se explicó que el espesor de las capas que forman la multicapa de CoP influye en sus propiedades magnéticas. El objetivo de este trabajo es obtener la dependencia de la sensibilidad que presentan este tipo de sensores con el espesor total y con el espesor de las capas que forman la multicapa, con el fin de obtener el material con las propiedades óptimas para utilizarlo como núcleo del sensor. Además se estudiará la variación de la sensibilidad con la frecuencia de los diferentes fluxgates, y se desarrollará un modelo teórico que permite predecir esta sensibilidad. Existen trabajos anteriores de este tipo de sensores planares fabricados con núcleo toroidal de CoP multicapa que presentan valores de sensibilidad de 120 V/T cuando la frecuencia de excitación es de 50 kHz y la intensidad de corriente que se hace pasar por el primario es de 320 mA (valor rms) [56]. El trabajo presentado en este capítulo pretende optimizar las características de este tipo de sensores por medio de la optimización de las propiedades magnéticas de su núcleo.

5.1. Fabricación de los sensores

Los sensores estudiados en este apartado fueron fabricados mediante tecnología PCB. Como núcleo de estos sensores se han utilizado multicapas de CoP como las estudiadas en el capítulo anterior. La fabricación de estos sensores se divide en dos líneas. En la primera, el espesor total del núcleo magnético e se fija en $30\text{ }\mu\text{m}$ y se varía el espesor t de las capas que forman la multicapa (figura 5.1). El tiempo de electrodeposición de cada capa se fija de manera que las capas que forman la multicapa presenten espesores comprendidos entre 10 y 200 nm, o lo que es lo mismo, un número de bicapas N variable entre 1500 y 75. Además, se fabrica un sensor con núcleo bicapa ($e = 30\text{ }\mu\text{m}$ y $t = 15\text{ }\mu\text{m}$) con el fin de comparar las propiedades de fluxgate con núcleo multicapa y bicapa. Los núcleos de los diferentes sensores fabricados variando t se muestran en la tabla 5.1. En la segunda, y con el objetivo de estudiar el efecto de espesor total del núcleo, el núcleo ferromagnético y amorfo de CoP electrodepositado en todos los fluxgates tiene un espesor t de capa fijo de 15 nm, mientras que el espesor total e varía entre 30 y $7.5\text{ }\mu\text{m}$ (tabla 5.2).

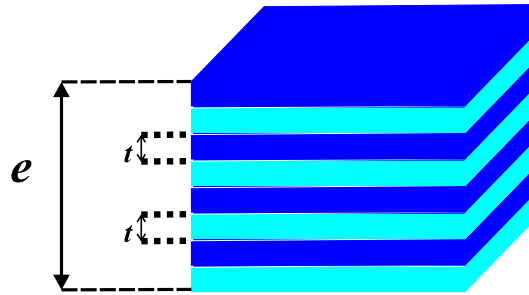


Figura 5.1. Esquema representativo de la multicapa.

sensor	N1	N2	N3	N4	N5	N6	N7	N8	N9	N10	NB
t(nm)	10	15	20	30	40	50	60	75	100	200	$15\text{ }\mu\text{m}$
N	1500	1000	750	500	375	300	250	200	150	75	1

Tabla 5.1. Sensores estudiados en este capítulo. t es el espesor de cada capa del núcleo y N es el número de bicapas que forman la multicapa.

sensor	NA	NB	NC
$e(\mu\text{m})$	30	15	7.5
N	1000	500	250
$A(\text{m}^2)$	$3 \cdot 10^{-8}$	$1.5 \cdot 10^{-8}$	$7.5 \cdot 10^{-9}$

Tabla 5.2. Sensores fabricados con espesor de capa $t=15$ nm. e es el espesor total del núcleo, N el número de bicapas que forman la multicapa y A la sección transversal del núcleo.

El resto del proceso de fabricación de estos sensores es idéntico al que se explica en el apartado 4.2.1 del capítulo 4, con la diferencia de que en este caso el sensor está provisto de un bobinado secundario de $N_s = 4$ espiras, que determina el eje de medida del sensor y que nos permite obtener la señal de respuesta (figura 5.2). El núcleo del sensor presenta un diámetro medio $d = 1.5 \times 10^{-2}$ m, y una sección transversal $A = 3 \times 10^{-8}$ m², excepto en el caso de los sensores con espesor variable cuya sección transversal aparece en la tabla 5.2. La imanación de saturación del núcleo es $M_s = 5.2 \times 10^5$ Am⁻¹.

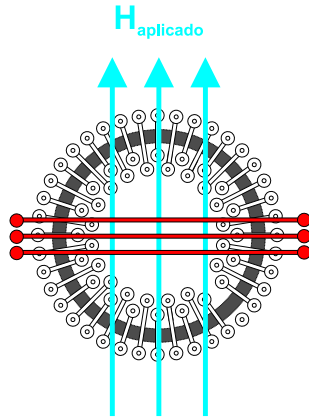


Figura 5.2. Fluxgate con bobinado secundario. Esquema explicativo de la dirección de medida del sensor.

5.2. Caracterización del sensor

Antes de presentar las medidas realizadas para caracterizar los sensores creemos conveniente explicar brevemente el funcionamiento de un fluxgate. Como se explicó anteriormente, para que el sensor detecte un campo magnético externo, es necesario saturar su núcleo aplicando un campo magnético alterno. Puesto que se va a medir la sensibilidad a distintas frecuencias hay que tener en cuenta que, como se ha demostrado, a medida que la frecuencia aumenta, también lo hace el campo coercitivo del material H_c y además el campo necesario para saturar el núcleo es cada vez mayor.

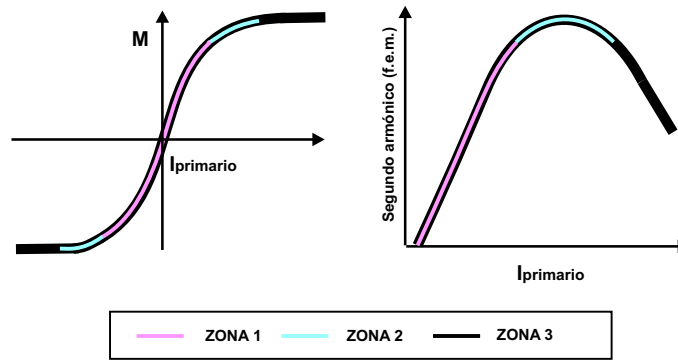


Figura 5.3. Gráfica explicativa de la forma de la curva de primera imanación de un material magnético tipo CoP (izquierda) y del segundo armónico de su derivada \propto a la f.e.m. inducida en el bobinado secundario (derecha).

En la figura 5.3, la gráfica de la izquierda representa el ciclo de histéresis de un material tipo CoP, mientras que la curva de la derecha representa el segundo armónico de su derivada que es proporcional al segundo armónico de la f.e.m. inducida en el bobinado secundario del sensor. Es decir, la curva de la derecha representa la forma de la señal de respuesta del sensor en función de la corriente de excitación que se hace pasar por el primario. La *zona 2* es la zona óptima de medida ya que la señal que se obtiene para los valores de corriente de excitación correspondientes a ella son los que dan lugar a la máxima señal de respuesta en el sensor. La *zona 1* corresponde a valores de corriente de excitación más bajos que el de la

corriente que da lugar a un campo de excitación igual al de saturación del núcleo y como se ve en la gráfica de la derecha, la señal de respuesta es menor para estos valores de campo y el ruido de la señal aumenta en estas zonas. La *zona 3* es la zona correspondiente a valores de corriente superiores a la que da lugar al campo de saturación del núcleo, y por lo tanto es una zona de consumo innecesario del sensor. La correcta elección del campo de saturación del primario es un factor a tener en cuenta para la caracterización de este tipo de sensores.

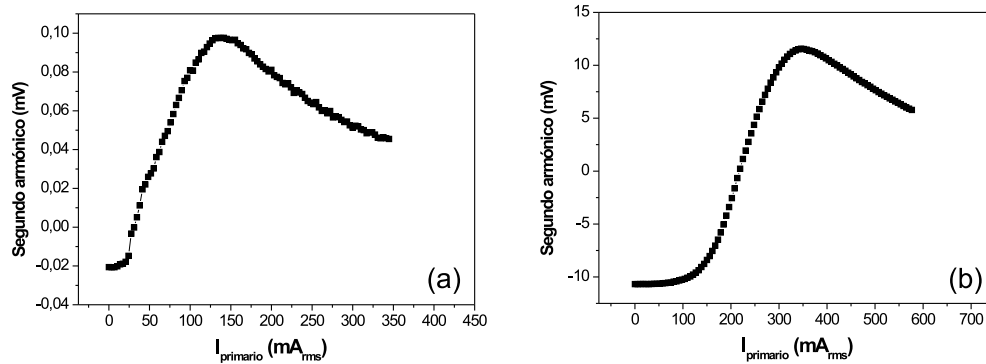


Figura 5.4. Curva de calibración del sensor N1. (a) Frecuencia de excitación de 400 Hz. (b) Frecuencia de excitación de 50 kHz.

En la figura 5.4 se presentan dos curvas experimentales de respuesta del sensor frente a la corriente de excitación (valor rms) que se hace pasar por el primario. La gráfica que se presenta en la figura 5.4 (a) es la correspondiente a una frecuencia de excitación del núcleo de 400 Hz, mientras que la figura 5.4 (b) corresponde a 50 kHz. Estos valores de frecuencias son los valores extremos de frecuencia utilizados para la excitación del núcleo. Los valores de corriente de excitación del primario que dan lugar a una mejor respuesta del sensor a 50 kHz se encuentran entre 300 y 400 mA_{rms} aproximadamente, mientras que a 400 Hz se encuentra entre 125 y 175 mA_{rms} . La dependencia de la respuesta del sensor con la corriente de excitación del primario se muestra en las gráficas de la figura 5.5.

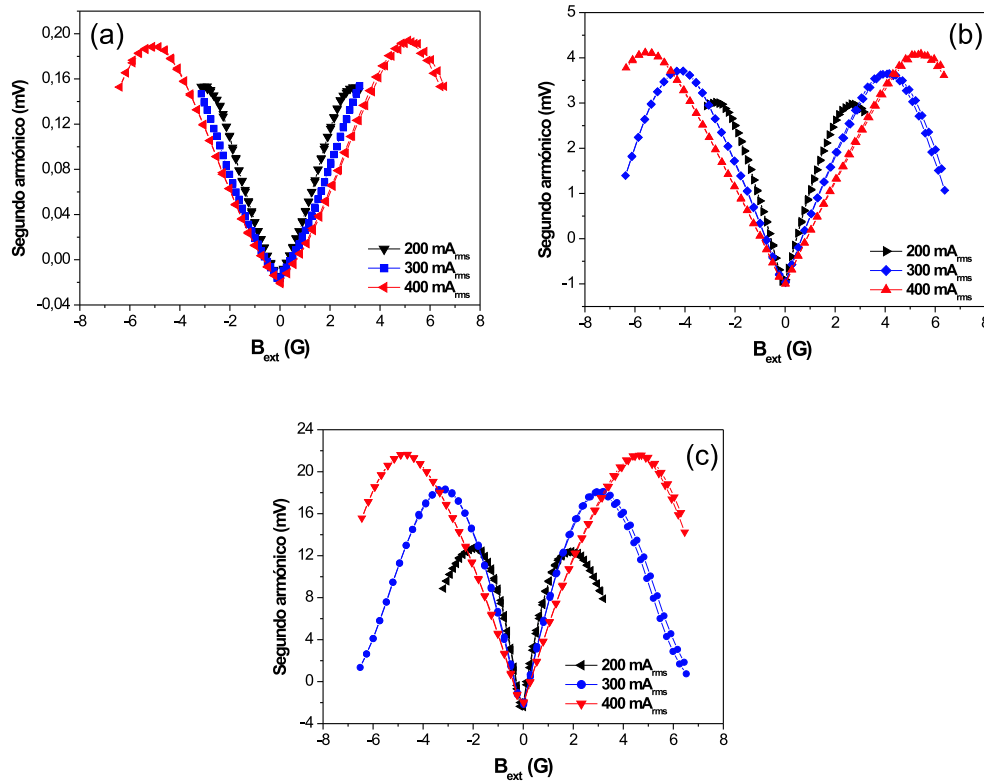


Figura 5.5. Curvas de respuesta del sensor N1 con diferentes valores de corriente de excitación del primario y frecuencias (a) 400 Hz, (b) 1 kHz y (c) 50 kHz.

Estas gráficas representan las curvas características de respuesta del sensor N1 a 400 Hz, 1 kHz y 50 kHz. Se puede comprobar como un aumento en la corriente de excitación del primario, disminuye la sensibilidad y aumenta el rango lineal de respuesta. Además la respuesta es mayor cuanto mayor es el valor de la frecuencia para el mismo valor de corriente de excitación. Teniendo esto en cuenta, se decide excitar el núcleo con una corriente de 300 mA_{rms} , valor suficiente para saturar el núcleo a la frecuencia más alta (50 kHz) con el mínimo consumo posible. Para este valor de la corriente de excitación del núcleo, el rango lineal del sensor se encuentra entre $0\text{-}250 \mu\text{T}$. Estos sensores no presentan histéresis, tal y como se muestra en las gráficas de la figura 5.5.

Una vez decidida la corriente de excitación, se realizan medidas de la respuesta de los diferentes sensores para un rango de frecuencias entre 400 Hz y 50 kHz. El valor de la sensibilidad se obtiene como la pendiente de la zona lineal de la curva de respuesta del sensor, promediando las ramas de campo magnético positivo y negativo.

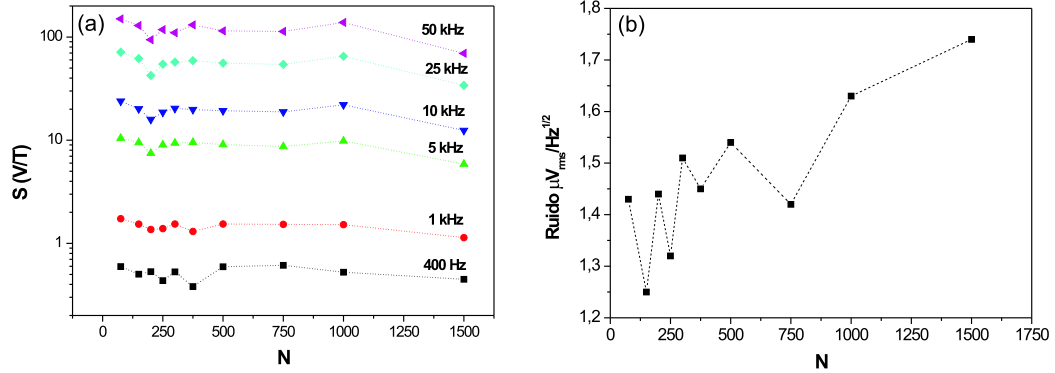


Figura 5.6. (a) Sensibilidad en función de N . (b) Ruido a 1 Hz de la señal de salida de cada sensor en función de N .

En la figura 5.6 (a) se muestran los resultados de todos los sensores excepto la bicapa. Como se puede observar, la sensibilidad es prácticamente independiente del número de bicapas para $N > 75$. El sensor con núcleo bicapa ($N = 1$), no representado en la gráfica, presenta un valor para la sensibilidad de 10 V/T a 50 kHz, un orden de magnitud menor que el del resto de los sensores multicapa.

El ruido de la señal de salida a 1 Hz de cada uno de los sensores se midió utilizando un analizador de señales *SR770 FFT Network*. El resultado en función del número de bicapas del núcleo magnético de cada sensor se muestra en la figura 5.6 (b). El ruido presenta una tendencia ascendente con el número de bicapas que se hace más clara a partir de $N=750$. Tal y como se explicó anteriormente, cuantas más bicapas formen la multicapa, más zonas de anclaje de paredes de dominios magnéticos hay presentes en ella. Los valores de ruido a 1 Hz que presentan los sensores multicapa se encuentran entre 1.25 y $1.75 \mu V_{rms}/\sqrt{Hz}$.

	Multicapa	Bicapa
Sensibilidad máxima (V/T)	120	10
Máximo Rango lineal	0 - 250 μ T	0 - 1 T
Histéresis	No observada	20 μ T
Campo mínimo detectable	0.7 μ T	30 μ T
Consumo (mW)	< 70	< 70
Resolución	< 8 nT	< 0.1 μ T
Ruido a 1 Hz (V_{rms}/\sqrt{Hz})	(1.25 - 1.75) 10^{-6}	5 10^{-8}

Tabla 5.3. Principales características del sensor fluxgate con núcleo multicapa frente al sensor fluxgate con núcleo bicapa.

La tabla 5.4 muestra una comparación de las características principales de los sensores fluxgate con núcleo multicapa y bicapa. Como se puede comprobar, el sensor con núcleo multicapa presenta un valor máximo de sensibilidad un orden de magnitud superior al que presentan los sensores con núcleo bicapa. Además el campo mínimo detectable y la resolución son dos órdenes de magnitud menores en este tipo de sensores. Por otro lado, los sensores con núcleo bicapa presentan un rango lineal mayor y menos ruido en la señal de salida con el inconveniente de presentar una cierta histéresis en la respuesta. Por lo tanto, puesto que el consumo es el mismo en ambos sensores, que el ruido que presentan los sensores multicapa no es elevado y que además los sensores multicapa presentan mayor sensibilidad, mayor resolución y mayor valor del campo mínimo detectable, se puede concluir que para medir campos bajos, de hasta 250 μ T los sensores fluxgate multicapa son la mejor elección.

5.3. Cálculo teórico

En la literatura aparecen numerosos modelos que describen el funcionamiento de un fluxgate. En lo referente a los sensores toroidales se han propuesto diversos modelos: algunos de ellos son simulaciones numéricas [76], mientras que otros requieren un conocimiento completo del ciclo de histéresis del material en cuestión [77]. Conocer de forma completa el ciclo de histéresis no es sencillo debido al hecho de que la forma del ciclo de histéresis depende de la frecuencia de la corriente con la que se excita el núcleo. Puesto que lo que se pretende estudiar es la variación de la sensibilidad con dicha frecuencia, este hecho supone un problema. En los modelos más simples no se tiene en cuenta la histéresis del material ferromagnético que se usa como núcleo del sensor [78–80], aunque en la mayoría de los casos es comparable al campo de saturación del material para las frecuencias del campo con el que se excita el primario. El único modelo anterior al que nos ocupa que ha tenido en cuenta la histéresis del núcleo ha sido el propuesto por Gordon y colaboradores [81]. En este modelo los autores usan una corriente triangular para la excitación del núcleo y un ciclo de histéresis simplificado en el que únicamente es necesario conocer el valor del campo coercitivo, de la imanación de saturación y del campo de saturación del material ferromagnético para cada frecuencia. El modelo que se propone extiende el modelo anterior de Gordon al caso de una corriente de excitación sinusoidal, considera la dependencia del ciclo de histéresis con la frecuencia e incluye en los cálculos el valor del factor desimanador del material ferromagnético del núcleo.

La figura 5.7 muestra una representación esquemática del dispositivo con el objetivo de explicar de forma sencilla la notación utilizada en el modelo teórico y la figura 5.8 muestra el ciclo de histéresis considerado en el modelo desarrollado para el material ferromagnético del núcleo del sensor. El campo aplicado H_a tiene dirección opuesta en las zonas A y B del dispositivo, respecto al campo de excitación del núcleo. Es importante hacer notar que el modelo es válido para otras geometrías cambiando únicamente la contribución del factor desimanador.

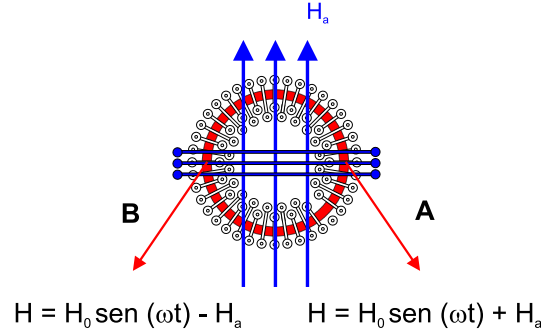


Figura 5.7. Representación esquemática del fluxgate con núcleo toroidal.

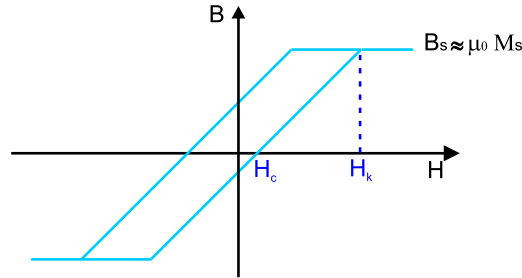


Figura 5.8. Modelo de ciclo de histéresis utilizado para el cálculo teórico de la sensibilidad.

El flujo magnético a través del bobinado secundario, y la fuerza electromotriz inducida (f.e.m.) puede escribirse como:

$$\phi = \phi_A - \phi_B, \quad \varepsilon = \frac{d\phi}{dt} = \frac{d\phi_A}{dt} - \frac{d\phi_B}{dt} = \varepsilon_A - \varepsilon_B \quad (5.1)$$

Estamos interesados en calcular la parte real ε' e imaginaria ε'' del segundo armónico de la f.e.m., ε_{2f} .

$$\varepsilon' = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T \varepsilon \sin(2\omega t) dt, \quad \varepsilon'' = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T \varepsilon \cos(2\omega t) dt \quad (5.2)$$

Si, como en el caso que nos ocupa, la corriente de excitación es sinusoidal ($I = I_0 \sin(\omega t)$), el campo H al que da lugar el bobinado primario es también sinusoidal ($H = H_0 \sin(\omega t)$). Por lo tanto, teniendo en cuenta la relación existente entre B

y H dada por el ciclo de histéresis, se pueden representar ambos campos magnéticos B y H dentro del núcleo (figura 5.9).

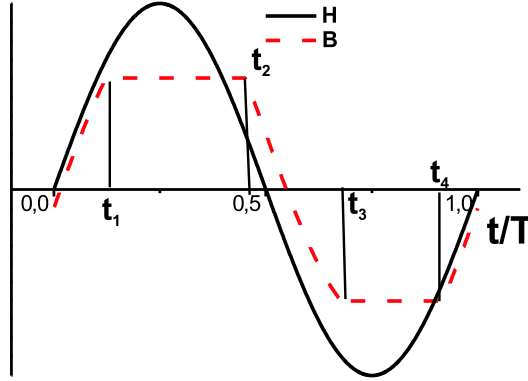


Figura 5.9. Variación de B y H con el tiempo.

El comportamiento de la f.e.m. en las zonas A y B cuando el sensor se somete a un campo magnético externo H_a se ha estudiado por separado. Cuando se aplica un campo magnético externo, el campo magnético H en la zona A del material se puede escribir de la forma $H=H_0\sin(\omega t)+H_a$, y la variación de B con el tiempo puede ser representada tal y como se muestra en la figura 5.10 (a). La f.e.m. inducida en el bobinado secundario es proporcional a la derivada de B (ver figura 5.10 (b)), y es cero a excepción de los intervalos $0\rightarrow t_1$, $t_2\rightarrow t_3$ y $t_4\rightarrow T$, en los cuales su valor corresponde con la expresión $\varepsilon_A=-NA\mu H_0\omega\cos(\omega t)$, donde A es el valor medio de la sección transversal del núcleo y N el número de espiras del bobinado secundario.

De esta forma la expresión 5.2, puede ser reescrita como sigue

$$\begin{aligned} \varepsilon'_A = \gamma \int_0^T \cos(\omega t) \sin(2\omega t) dt = \gamma \left\{ \int_0^{t_1} \cos(\omega t) \sin(2\omega t) dt + \right. \\ \left. + \int_{t_2}^{t_3} \cos(\omega t) \sin(2\omega t) dt + \int_{t_4}^T \cos(\omega t) \sin(2\omega t) dt \right\} \end{aligned} \quad (5.3a)$$

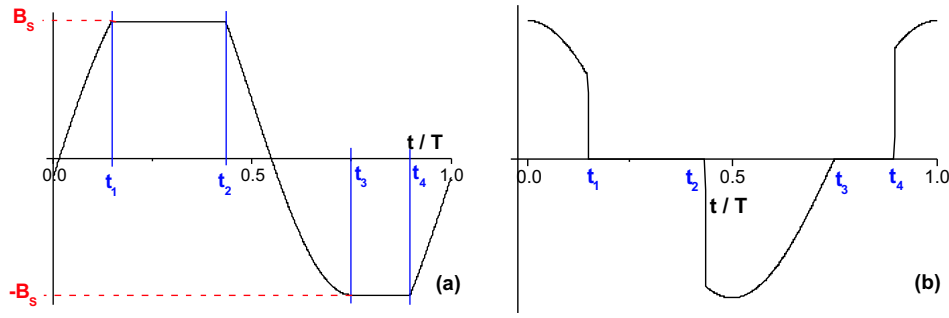


Figura 5.10. (a) Variación de B con el tiempo en presencia de un campo externo H_a . (b) Variación de la f.e.m. con el tiempo.

$$\varepsilon_A'' = \gamma \int_0^T \cos(\omega t) \cos(2\omega t) dt = \gamma \left\{ \int_0^{t_1} \cos(\omega t) \cos(2\omega t) + \right. \quad (5.3b)$$

$$\left. + \int_{t_2}^{t_3} \cos(\omega t) \cos(2\omega t) + \int_{t_4}^T \cos(\omega t) \cos(2\omega t) \right\}$$

donde γ está definida mediante la expresión

$$\gamma = -\frac{NSH_0\mu\omega^2}{\pi} \quad (5.4)$$

De la figura 5.10 (b), los límites de integración se pueden escribir de la siguiente manera

$$\begin{aligned} \sin(\omega t_1) &= k - a & \cos(\omega t_1) &= \sqrt{1 - \sin^2(\omega t_1)} \\ \sin(\omega t_2) &= b - a & \cos(\omega t_2) &= -\sqrt{1 - \sin^2(\omega t_2)} \\ \sin(\omega t_3) &= -(k + a) & \cos(\omega t_3) &= -\sqrt{1 - \sin^2(\omega t_3)} \\ \sin(\omega t_4) &= -(b + a) & \cos(\omega t_4) &= \sqrt{1 - \sin^2(\omega t_4)} \end{aligned} \quad (5.5)$$

donde se han definido:

$$a = \frac{H_a}{H_0} \quad k = \frac{H_k}{H_0} \quad b = \frac{H_k - 2H_c}{H_0} \quad (5.6)$$

Con todo esto, se puede resolver la ecuación 5.3 y obtener las expresiones para ε' y ε'' en la zona A:

$$\varepsilon'_A = -\frac{2\gamma}{3\omega} \left\{ [1 - (k - a)^2]^{3/2} - [1 - (k + a)^2]^{3/2} \right\} + \quad (5.7a)$$

$$+ \left\{ [1 - (b - a)^2]^{3/2} - [1 - (b + a)^2]^{3/2} \right\}$$

$$\varepsilon''_A = \frac{4\gamma}{\omega} a(k^2 - b^2) \quad (5.7b)$$

En la zona opuesta del núcleo (zona B), el campo magnético H se puede expresar como $H = H_0 \sin(\omega t) - H_a$. Siguiendo los mismos razonamientos se obtiene finalmente una relación entre los valores de la fuerza electromotriz real e imaginaria en ambas zonas del núcleo

$$\varepsilon'_A = -\varepsilon'_B, \quad \varepsilon''_A = -\varepsilon''_B \quad (5.8)$$

Partiendo de la ecuación 5.1 y utilizando las propiedades de las series de Fourier, se obtienen las expresiones para el segundo armónico de la f.e.m. inducida en el bobinado secundario

$$\varepsilon'_{2f} = 2\varepsilon'_A, \quad \varepsilon''_{2f} = 2\varepsilon''_A \quad (5.9)$$

Los sensores fluxgate suelen utilizarse como sensores de campo magnético débil, de forma que el valor de H_a puede considerarse lo suficientemente pequeño como para aproximar el valor de ε'_{2f} y ε''_{2f} al término de primer orden de su desarrollo de Taylor.

$$\varepsilon'_{2f} = -\frac{8\gamma}{\omega} a \left(k\sqrt{1 - k^2} + b\sqrt{1 - b^2} \right) \quad (5.10a)$$

$$\varepsilon''_{2f} = \frac{8\gamma}{\omega} a(k^2 - b^2) \quad (5.10b)$$

Por lo tanto, la amplitud del segundo armónico de la f.e.m. se puede escribir de la forma

$$\varepsilon_{2f} = \frac{8|\gamma a|}{\omega} \left[2kb\sqrt{1-k^2}\sqrt{1-b^2} + b^2 + k^2 - 2b^2k^2 \right]^{1/2} \quad (5.11)$$

Usando 5.4 y 5.6, la expresión 5.11 se puede escribir

$$\varepsilon_{2f} = \frac{8NS\mu\omega}{\pi} |H_a| \sqrt{\mathcal{F}(H_0, H_k, H_c)} \quad (5.12)$$

donde

$$\begin{aligned} \mathcal{F}(H_0, H_k, H_c) = & 2 \left(\frac{H_k}{H_0} \right) \left(\frac{H_k - 2H_c}{H_0} \right) \sqrt{1 - \left(\frac{H_k}{H_0} \right)^2} \times \sqrt{1 - \left(\frac{H_k - 2H_c}{H_0} \right)^2} \\ & + \left(\frac{H_k}{H_0} \right)^2 + \left(\frac{H_k - 2H_c}{H_0} \right)^2 - 2 \left(\frac{H_k}{H_0} \right)^2 \left(\frac{H_k - 2H_c}{H_0} \right)^2 \end{aligned} \quad (5.13)$$

Partiendo del modelo propuesto para el ciclo de histéresis del material ferromagnético del núcleo, se puede extraer una ecuación para la permeabilidad de la forma: $\mu = M_s / (H_k - H_c)$, de manera que la sensibilidad del dispositivo se puede expresar como

$$S = \frac{16N_s A f M_s}{H_k - H_c} \sqrt{\mathcal{F}(H_0, H_k, H_c)} \quad (5.14)$$

En todo el desarrollo del modelo que se ha llevado a cabo hasta ahora se ha asumido que el campo en el núcleo coincide con el campo magnético aplicado H_a . Sin embargo, el campo en el material es considerablemente más bajo debido a la contribución del factor desimanador, que reduce la sensibilidad del sensor. Si llamamos H_i al campo interno real en el material ferromagnético, $H_i = H_a - DM \sim H_a - D\mu H_i$, donde D es el valor del factor desimanador que presenta el material, y que depende

de su geometría. Primdahl y colaboradores presentan resultados acerca del valor experimental del factor desimanador para un fluxgate con núcleo toroidal [82].

Del análisis de los datos experimentales, en este trabajo se propone $D = 2 \times 1.83 \times (A/d^2)$, siendo d y A el diámetro medio y el valor medio de la sección transversal del núcleo respectivamente. Se incluye en la ecuación 5.14 la contribución del factor desimanador, se obtiene la ecuación final para el valor de la sensibilidad del sensor fluxgate:

$$S = \frac{16N_s A f M_s}{H_k - H_c + 3.66M_s(A/d^2)} \sqrt{F(H_0, H_k, H_c)} \quad (5.15)$$

La expresión dada para la sensibilidad es muy similar a la propuesta por Gordon y colaboradores [81], difiriendo esencialmente en el factor F que se obtiene debido a la presencia de una excitación sinusoidal para el núcleo del sensor.

La comprobación inicial del modelo se ha llevado a cabo mediante las curvas de sensibilidad obtenidas para el sensor NA. En el capítulo 4 se midió la dependencia del campo coercitivo de la multicapa de CoP que se ha utilizado como núcleo del sensor NA en función de la frecuencia de la corriente de excitación del núcleo. Esta dependencia resulta ser $H_c(\text{A/m}) = 4.2 f^{0.36}(\text{Hz})$ (figura 5.11 (a)).

Con el fin de simplificar el modelo teórico para validarlo, se ha realizado un estudio para $H_0 \simeq H_k = 360 \text{ Am}^{-1}$, de este modo el modelo queda reducido a:

$$S = \frac{32N_s A f M_s}{H_k - H_c + 3.66M_s(A/d^2)} \sqrt{\frac{H_c(H_0 - H_c)}{H_0}} \quad (5.16)$$

La figura 5.11 (b) muestra una comparación entre la variación de la sensibilidad a la frecuencia medida en el sensor NA y el resultado obtenido utilizando el modelo teórico. Como se puede ver, los resultados experimentales se ajustan a la curva teórica sin apreciarse desviaciones significativas. Se comprobó también la dependencia de la sensibilidad con la amplitud de la corriente de excitación, que a su vez es directamente proporcional a la amplitud del campo magnético, H_0 , que excita el

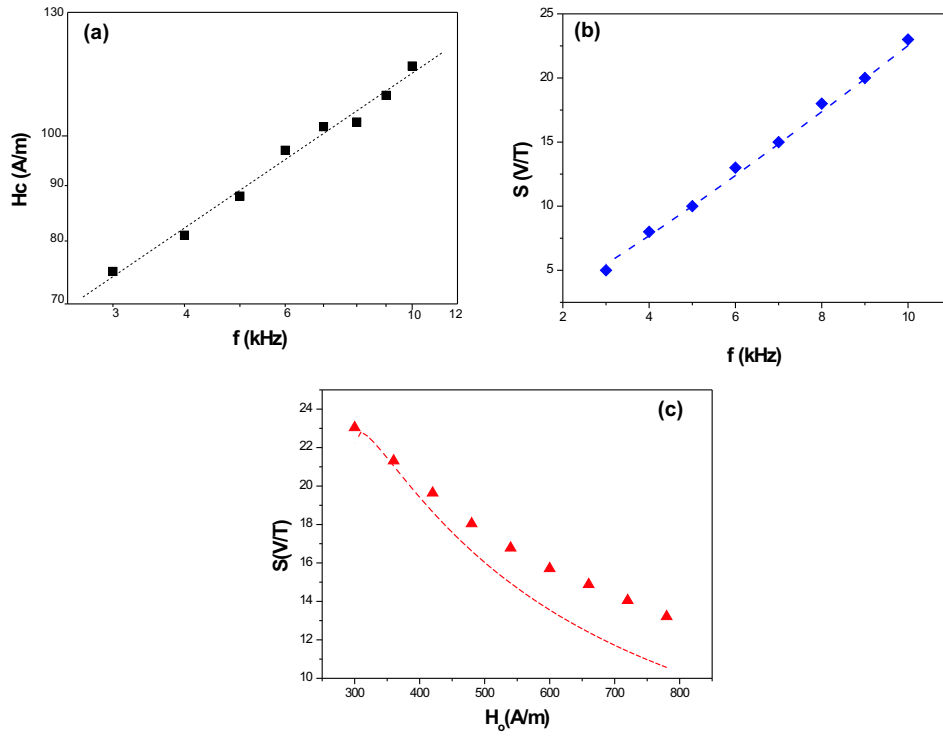


Figura 5.11. (a) Valor del campo coercitivo del núcleo del sensor NA en función de la frecuencia. (b) Valor de la sensibilidad del sensor NA en función de la frecuencia. Los rombos representan los valores experimentales y la línea la curva teórica. (c) Valor de la sensibilidad del sensor NA en función de la amplitud del campo de excitación del núcleo. Los triángulos representan los resultados experimentales y la línea la curva teórica.

primario. La comprobación se realizó con una frecuencia de 10 kHz (figura 5.11 (c)). Aunque en este caso se observan diferencias mayores entre modelo y medidas experimentales, si se tiene en cuenta que con el objetivo de reducir el consumo de potencia se suele elegir $H_0 \sim H_k$, en esta región el ajuste entre el modelo y los valores experimentales es bueno, siendo la desviación de los valores experimentales y la predicción teórica menor que un 15 % para el caso en que $H_0 = 2H_k$.

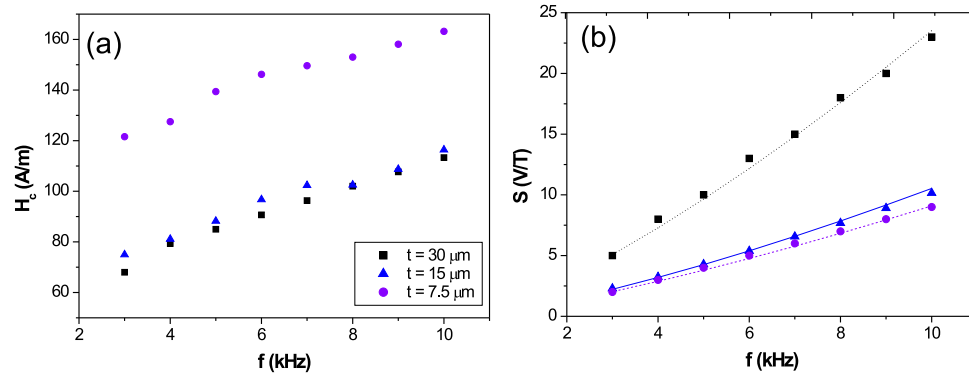


Figura 5.12. (a) Valor del campo coercitivo en función de la frecuencia. (b) Valor de la sensibilidad en función de la frecuencia. Los símbolos representan los valores experimentales: NA (cuadrados), NB (triángulos) y NC (círculos). Las líneas representan los valores para la sensibilidad en función de la frecuencia que predice el modelo teórico: NA (negro), NB (azul) y NC (morado).

Una vez que se ha comprobado la validez del modelo teórico para el sensor NA, pasamos a contrastar los resultados experimentales y las predicciones teóricas para los tres sensores que difieren en el valor de su espesor total e (NA, NB y NC). La figura 5.12 (a) muestra la dependencia del valor del campo coercitivo de cada uno de los núcleos de los sensores con la frecuencia. Como se puede comprobar los sensores NA ($30 \mu\text{m}$) y NB ($15 \mu\text{m}$), presentan valores muy parecidos de H_c siendo mayores los del sensor NB, y a su vez menores que lo del sensor NC ($7.5 \mu\text{m}$).

La gráfica de la figura 5.12 (b), muestra la comparación de los valores de sensibilidad en función de la frecuencia obtenidos experimentalmente y los valores de la sensibilidad obtenidas de manera teórica mediante la ecuación 7.3. Como se puede comprobar, la curva teórica obtenida mediante el modelo ajusta bien a los valores obtenidos experimentalmente. Otro dato relevante es la comprobación de la influencia del espesor total del núcleo en los valores que se obtienen para la sensibilidad del sensor. Los mayores valores de sensibilidad se obtienen para el sensor NA, que es el sensor fabricado con mayor espesor total de núcleo. Los sensores NB y NC muestran valores más bajos que los del sensor NA, siendo ligeramente mayores los valores de

sensibilidad que presenta el sensor NB. Estos resultados son lógicos ya que cuanto mayor espesor tenga el núcleo, y por lo tanto mayor sea su sección, mayor será la fuerza electromotriz inducida debida a la variación de flujo magnético.

Para completar la comprobación del modelo teórico se contrastarán igualmente los resultados experimentales obtenidos para los diferentes sensores con núcleo multicapa y las predicciones teóricas del modelo. Si recordamos los resultados obtenidos para la dependencia de la sensibilidad de este tipo de sensores con el número de bicapas N que forman su núcleo magnético, o lo que es lo mismo, con el espesor de capa t , el valor de la sensibilidad no varía significativamente con N .

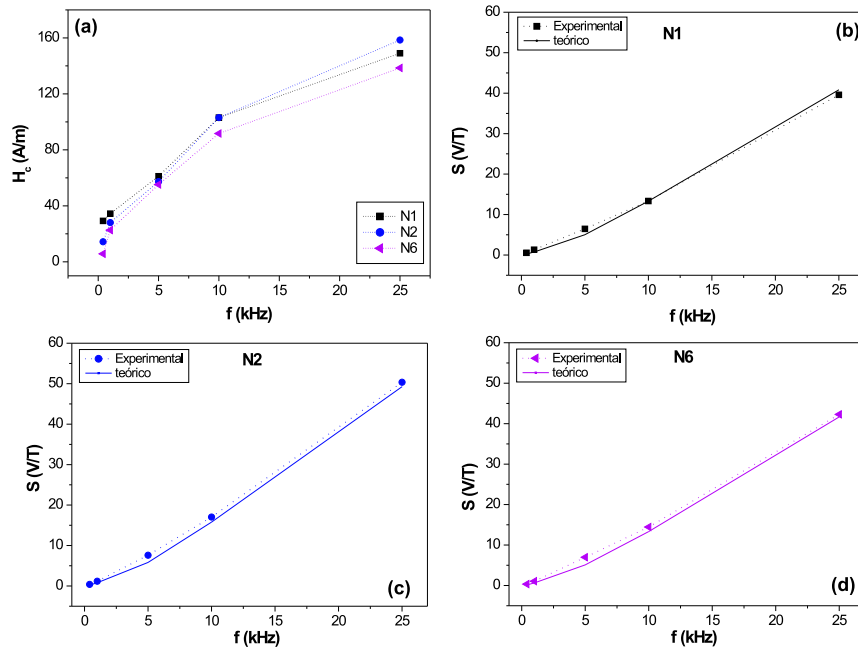


Figura 5.13. (a) Valor del campo coercitivo en función de la frecuencia. (b) Valor de la sensibilidad en función de la frecuencia. Los símbolos representan los valores experimentales: NA (cuadrados), NB (círculos) y NC (triángulos). Las líneas representan los resultados de sensibilidad que predice el modelo teórico: NA (negro), NB (azul) y NC (morado).

Para comprobar el modelo teórico en este caso, se utiliza de nuevo la ecuación 7.3. La comprobación se lleva a cabo con todos los sensores fabricados con núcleo con distinto valor de N . Puesto que los resultados son satisfactorios en todos los casos, para facilitar la presentación de los resultados se muestran únicamente los correspondientes a los sensores $N1$, $N2$ y $N6$. El valor del campo coercitivo utilizado en el modelo teórico es el obtenido experimentalmente para cada núcleo y se muestra en la figura 5.13 (a). Se observan pequeñas diferencias en el valor de H_c para cada muestra, diferencias debidas en su mayor parte a las pequeñas variaciones en el espesor total de la muestra, pero como se puede comprobar, la dependencia de H_c con la frecuencia es independiente del número de bicapas N que forme la multicapa. Las graficas de las figuras 5.13 (b), (c) y (d) muestran la comparación de la sensibilidad obtenida experimentalmente y la calculada por medio del modelo teórico para los sensores $N1$, $N2$ y $N6$ respectivamente. También en este caso el ajuste que se obtiene es satisfactorio y se comprueba de nuevo el hecho de que la sensibilidad es independiente de N .

5.4. Conclusiones

Se han fabricado sensores con núcleos multicapa de CoP manteniendo el espesor total constante y variando el número de bicapas N que forman la multicapa. Se ha estudiado la dependencia de la sensibilidad en función del número de bicapas N y se ha comprobado que el valor de la sensibilidad no depende de N , para valores de N que garanticen que la anisotropía está en el plano. La muestra con $N=1$ presenta una sensibilidad considerablemente menor. El ruido a 1 Hz de cada uno de los sensores presenta una tendencia ascendente con el número de bicapas que se hace más clara a partir de $N=750$. El número de bicapas N que forma el núcleo magnético del sensor es indiferente siempre y cuando sea suficiente para que el valor de la sensibilidad no disminuya de manera pronunciada ($N \gg 2$), y no tan alto como para que el ruido del sensor aumente significativamente ($N < 1500$). Se han comparado las características de los sensores multicapa con las del sensor bicapa:

	Multicapa	Bicapa
Sensibilidad máxima (V/T)	120	10
Máximo Rango lineal	0 - 250 μ T	0 - 1 T
Histéresis	No observada	0.2 G
Campo mínimo detectable	0.7 μ T	30 μ T
Consumo (mW)	< 70	< 70
Resolución	< 8 nT	< 0.1 μ T
Ruido a 1 Hz (V_{rms}/\sqrt{Hz})	(1.25 - 1.75) 10^{-6}	5 10^{-8}

Se concluye que el sensor multicapa tiene mejores propiedades como sensor de campo débil y hasta 250 μ T.

Se ha desarrollado un modelo teórico para el cálculo de la sensibilidad de los sensores en función de la frecuencia. Se ha comprobado su validez ya que las curvas obtenidas mediante el modelo teórico ajustan de manera satisfactoria a los resultados experimentales. Se han realizado comprobaciones del modelo para sensores con distinto espesor total e y con distinto espesor de capa t obteniendo buenos ajustes a los valores experimentales de sensibilidad. Los resultados experimentales de la variación de la sensibilidad con la frecuencia para sensores con núcleos de distinta N son consistentes con el modelo teórico.

Parte II

Gradiómetro MANTIS

Capítulo 6

Introducción

El desarrollo de nuevos sistemas de medida de campo magnético, así como el de sistemas capaces de medir el ciclo de histéresis característico de un material magnético es hoy en día, objeto de numerosas investigaciones. Actualmente existen muchos dispositivos basados en diferentes conceptos físicos capaces de llevar a cabo este tipo de medidas. Las magnetorresistencias anisotrópicas (AMR), las magnetorresistencias gigantes (GMR) [34], las magnetoimpedancias gigantes (GMI) [34, 83, 84] y los sensores fluxgate [34, 45, 85, 86], de los que hemos hablado más ampliamente en los capítulos anteriores, son algunos de los magnetómetros más importantes debido a su simplicidad y a sus numerosas aplicaciones. Para la medida de las propiedades magnéticas de materiales a través de sus ciclos de histéresis, existen dispositivos tales como el magnetómetro de gradiente de campo alterno (AGM) o el magnetómetro de muestra vibrante (VSM). El AGM basa su funcionamiento en un gradiente de campo magnético alterno que induce una fuerza alterna sobre la muestra que se quiere medir. La muestra se encuentra situada en un portamuestras flexible y al aparecer la fuerza inducida la muestra vibra, siendo dicha vibración proporcional al momento magnético de la muestra [87]. En el VSM, una muestra es forzada a vibrar cerca de un par de bobinas. La vibración induce un voltaje a través de las bobinas debido al cambio en el flujo magnético, siendo el voltaje inducido proporcional al momento magnético de la muestra [88]. La diferencia más

importante entre el AGM y el VSM es que el VSM no mide fuerzas mientras que el AGM sí lo hace. Para medir fuerzas magnéticas una de las últimas aplicaciones ha sido el microscopio de fuerzas magnéticas (MFM) [43], desarrollado a partir del microscopio de fuerzas atómicas (AFM) [28]. El MFM es una técnica innovadora que puede medir fuerzas del orden de 10^{-15} N [89], y que se utiliza principalmente para obtener la distribución de dominios magnéticos de la muestra.

Las medidas "*in-situ*" de propiedades magnéticas de materiales, tanto como la medida de la susceptibilidad a partir de la curva de primera imanación y la medida del gradiente magnético, suponen en numerosas ocasiones difíciles objetivos ya que no existen dispositivos comerciales manejables capaces de realizar dichas medidas. Este tipo de medidas han llegado a ser muy importantes debido a su aplicación en campos tales como la minería, la geología magnética y en la investigación en prospección arqueológica, geológica y geofísica, tanto en la Tierra como en el espacio. Varios magnetómetros para espacio han sido desarrollados y probados exitosamente en diferentes misiones [37, 38], e incluso un AFM ha sido enviado a Marte en la misión *Phoenix Mars Mission* de la NASA [90, 91].

En el campo de la exploración planetaria, el problema de la medida de campo magnético es más complejo. No se necesitan solamente medidas en órbita de campo magnético, sino que son muy importantes las medidas *in-situ* de las propiedades magnéticas con el fin de caracterizar magnéticamente determinadas superficies planetarias. Fuera del ámbito espacial, este tipo de medidas se suelen llevar a cabo mediante susceptómetros tales como VSM, AGM y MFM. El problema de la aplicación espacial de este tipo de dispositivos es doble: por un lado hay que tener en cuenta las condiciones particulares del entorno del planeta en cuestión, y por otro lado es necesario desarrollar un dispositivo de medida manejable y de tamaño adecuado. El tamaño y el peso de los AGM y VSM actuales representan importantes obstáculos en el campo de las aplicaciones espaciales ya que poner 1 Kg en órbita baja *Low Earth Orbit* (LEO) supone un coste cercano a los 20000 dólares. Este hecho convierte las medidas "*in-situ*" de la propiedades magnéticas en uno de los retos en el entorno espacial.

Otro reto hoy en día, es la medida del gradiente magnético tanto en la Tierra como en el espacio. Actualmente existen gradiómetros comerciales que basan su funcionamiento en dos sensores magnéticos separados una determinada distancia, de forma que la medida del gradiente consiste en medir el campo magnético en dos puntos distintos del espacio y calcular su diferencia respecto su distancia [92]. Además, existen otro tipo de gradiómetros que basan su funcionamiento en aproximaciones de la derivada del campo magnético medido mediante un magnetómetro que suele ser un sensor magnético tipo SQUID: *Superconducting Quantum Interference Devices*. Estos gradiómetros reciben el nombre de gradiómetros de primer, segundo o tercer orden dependiendo de que la medida del gradiente de campo magnético se realice mediante la aproximación a la primera, segunda o tercera derivada del campo magnético medido respectivamente [93] y tienen una amplia aplicación en el campo de la investigación biomagnética [94–96]. El inconveniente que presentan este tipo de dispositivos es que nunca dan el valor exacto del gradiente en un punto determinado del espacio sino que lo que se obtiene son estimaciones de su valor basándose, bien en la variación del valor del campo magnético de un punto a otro o bien en la aproximación a la derivada del campo magnético medido.

El capítulo 7 perteneciente a este bloque de la tesis trata del desarrollo de un susceptómetro y gradiómetro magnético diseñado con el objetivo de que, además de las evidentes aplicaciones en nuestro entorno, pueda tener posibles aplicaciones espaciales midiendo las propiedades magnéticas del suelo marciano y lunar.

Este dispositivo, al que se ha bautizado con el nombre de *MANTIS: Mar-tiaN Tele-Infrared Susceptometer*), está basado en el principio de funcionamiento del AGM y usa una configuración de bobinas para la excitación de un material magnético fijo a la superficie de una membrana de silicio. El material magnético puede ser un imán comercial o una capa delgada de material magnético obtenido mediante alguna técnica de crecimiento. La medida de la señal de respuesta se lleva a cabo mediante detección óptica, y se produce cuando un material magnético se aproxima a la cabeza sensora o cuando existe un campo magnético en la zona donde ésta se encuentra situada, dando lugar a una perturbación en la vibración. Esta

perturbación cambia la forma de vibrar de la cabeza sensora, siendo este cambio proporcional a la fuerza magnética que actúa sobre la cabeza sensora o lo que es lo mismo, al gradiente de campo magnético y por lo tanto, al momento magnético de la muestra que se quiere medir.

Partiendo de la necesidad de un material magnético duro, es decir, un material con una imanación claramente definida que no se ve perturbada por los campos magnéticos externos, inicialmente se barajaron tres posibilidades: SmCo, NdFeB y AlNiCo. Estos materiales son materiales magnéticos con altos valores de imanación de remanencia y de campo coercitivo, perfectamente válidos para la aplicación en cuestión. Un factor a tener en cuenta dentro de las posibles aplicaciones espaciales, es que el material elegido debe tener unas propiedades que le permitan funcionar en cualquiera de los entornos que se pretende abarcar. Puesto que uno de los posibles destinos de este dispositivo es el planeta Marte, un parámetro importante es la temperatura de Curie y la temperatura de trabajo de estos materiales. En Marte las temperaturas ambientales se encuentran entre -150 y 20°C . En la tabla 6.1 se presentan las diferentes propiedades de estos materiales siendo B_r el valor de *campo de remanencia*, H_c el valor de *campo coercitivo*, T_{op} el valor de la *temperatura máxima operativa*, T_c el valor de la *temperatura de Curie*, μ el valor de la *permeabilidad*, ρ el valor de la *resistividad eléctrica*, H_a el valor de *campo de saturación* y $\Delta B_r/T$ el valor del coeficiente térmico de remanencia.

Se puede comprobar que en general, el SmCo y el NdFeB presentan mejores propiedades que el AlNiCo, ya que tienen valores mayores de campo de remanencia y de campo coercitivo. Además el AlNiCo sólo se obtiene por sinterización lo que dificulta la posibilidad de su crecimiento como película delgada sobre las membranas que se usan como soporte y de las que se hablará detalladamente en el capítulo 7. Tanto el SmCo como el NdFeB son, por lo tanto, candidatos perfectos para su aplicación en el dispositivo. Teniendo en cuenta que el SmCo puede operar a temperaturas mayores y su temperatura de Curie es más alta, se decidió utilizar inicialmente este material, tanto mediante imanes comerciales como utilizando películas delgadas crecidas epitaxialmente mediante alguna técnica de crecimiento, para abrir el rango

	SmCo	NdFeB	AlNiCo
B_r (G)	800-11000	1180-13300	5800
H_c (Oe)	400-8000	860-11000	470-1750
T_{op} ($^{\circ}$ C)	250-350	80-100	500-550
T_c ($^{\circ}$ C)	750-850	280-340	760-890
μ	1.00-1.05	1.05	-
ρ (Ω cm)	$8.6 \cdot 10^{-5}$	$1.6 \cdot 10^{-4}$	-
H_a (kA/m)	≥ 1600	2400-3200	215-500
$\Delta B_r/T$ ($\%/^{\circ}$ C)	-	-0.11	-0.02
Técnicas de crecimiento	S, Sp, PLD	S, Sp, PLD	S

Tabla 6.1. Tabla de las propiedades de diferentes materiales magnéticos duros. Las siglas de las técnicas de crecimiento significan: S (Sinterización), Sp (Sputtering) y PLD (Deposición por Láser Pulsado).

de aplicación a otros planetas donde la temperatura pueda ser muy alta, como es el caso de Mercurio o Venus.

Las películas delgadas de SmCo han sido extensivamente estudiadas en los últimos años debido a su alta temperatura de Curie y a su alto valor de campo coercitivo e imanación de remanencia. Este material ha llegado a ser de gran relevancia debido a sus aplicaciones en MEMS (MicroElectroMechanical Systems) [97, 98] y soportes de grabación [99, 100] entre otros. Las tierras raras suelen presentar anisotropía magnetocrystalina. Si se combina una tierra rara con un elemento ferromagnético, como en este caso con Co, se obtiene un elemento ferromagnético de anisotropía alta. La dirección del eje fácil de imanación depende de la estructura cristalina que se forme. La estructura cristalina ancla los dominios de forma que se necesitan campos muy altos para imanar la muestra en una dirección distinta a la del eje fácil. Por lo tanto, la fase que interesa obtener de este material, es la cristalina.

Entre todas las fases cristalinas posibles de SmCo presentes tanto en imanes, como en películas delgadas, la fase SmCo_5 ha sido la más estudiada. Sin embargo el SmCo presenta otras fases cristalinas que pueden ser muy interesantes (Sm_2Co_7

y $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$). Las principales técnicas de crecimiento de películas de SmCo son el *sputtering* y el PLD. Tal y como se explicará a continuación, la microestructura y las propiedades magnéticas de las películas de SmCo crecidas mediante estas técnicas de crecimiento dependen de parámetros tales como su contenido en Sm [101], la presión a la que se lleve a cabo el crecimiento y las "underlayers" o *capas base* que se utilicen.

- Contenido en Sm

La dependencia del valor de imanación de remanencia y del valor de campo coercitivo respecto al porcentaje de Sm presente en la aleación crecida por PLD ha sido objeto de diferentes estudios y existen varios trabajos publicados acerca de este tema. La remanencia disminuye y el campo coercitivo aumenta con el contenido de Sm [102, 103]. En el caso de las aleaciones de tierras raras y metales de transición, es la tierra rara (Sm) la que aporta la anisotropía a la muestra, mientras que el metal de transición (Co) aporta el valor del momento magnético [104]. Cuando el porcentaje de Sm es cercano al 23 %, la fase cristalina que aparece es la Sm_2Co_7 , para un contenido en Sm de entre 18.5 % y 20 % la distancia entre planos de difracción d disminuye dando lugar a SmCo_5 y cuando el porcentaje de Sm es de alrededor del 10-12 % la distancia d se hace aun menor, coincidiendo con la aparición de la fase $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ [102, 105].

- Presión

En cuanto a la presión a la que se realiza el crecimiento, en el caso del crecimiento por *sputtering*, tanto una presión alta durante el crecimiento ($\sim 4 \times 10^{-2}$ mbar) como una presión baja ($\sim 6.5 \times 10^{-3}$ mbar), puede hacer disminuir el valor del campo coercitivo de las muestras, mientras que un valor intermedio entre estas dos presiones puede hacer que el campo coercitivo aumente considerablemente [106].

■ *Capa base*

La *capa base* juega un papel muy importante en las propiedades de las películas de SmCo en ambos tipos de crecimiento (*sputtering* y PLD), por ejemplo, una *capa base* de cobre puede hacer que una película delgada de SmCo₅ crezca con anisotropía perpendicular, mientras que una de Cr o Mo puede hacer que los valores de campo coercitivo aumenten [107,108]. Igualmente, el eje fácil de imanación puede ser forzado a salir del plano usando las *capas base* adecuadas y creciendo a altas temperaturas o mediante tratamientos térmicos posteriores al crecimiento [98,109–111]. Una *capa base* de Cu da lugar a un ajuste epitaxial de los planos de las películas delgadas de SmCo hcp, favoreciendo la formación de la fase cristalina SmCo₅ con alta anisotropía. Mientras que una *capa base* de Cr puede aumentar el valor del campo coercitivo y de la imanación de remanencia de las muestras de SmCo haciendo que crezcan con una fuerte anisotropía en el plano [112].

El Cr ha dado buenos resultados como *capa base* para crecer películas de SmCo sobre todo debido al hecho de que es un material con estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (bcc: *body-centered-cubic*). Otros materiales del grupo IV con estructura cristalina bcc han sido estudiados como posibles *capa base* por Takei y colaboradores [107]. Según este trabajo, en el que se crecen películas delgadas de SmCo sobre *capas base* de Cr, Mo, W/Cr y Al, es la *capa base* de Mo la que da lugar a valores de campo coercitivo mayores, siendo importante el espesor de la misma ya que evita la rugosidad excesiva de la superficie de la capa de Mo. Del estudio de la influencia del espesor de las *capas base* de Mo en el valor de campo coercitivo que se presentan en este trabajo, se concluye que se obtienen los valores más altos para valores de espesor de la capa de Mo comprendidos entre 100 y 200 nm [107].

Las películas delgadas de SmCo presentan una anisotropía magnetocristalina uniaxial muy fuerte en la dirección del plano de la muestra. El eje fácil de imanación coincide con el eje c de la estructura hexagonal que presenta la aleación. Generalmente el eje c de los granos está orientado de manera aleatoria en el plano de la

muestra, de forma que la aleación no presenta textura magnética en el plano. Las películas delgadas de SmCo pueden ser forzadas a crecer con textura magnética en el plano manteniendo el sustrato a temperaturas de 400-460 °C durante el crecimiento para favorecer la aparición de la fase cristalina o también aumentando el contenido en Sm [101]. Un mayor contenido en Sm mejora la textura en el plano debido a que el tamaño de grano aumenta, de forma que el eje c de la estructura cristalina tiende a alinearse en una dirección definida del plano durante el crecimiento del tamaño de grano.

En la bibliografía existen trabajos usando *capas base* de Cr y recociendo las muestras después de su crecimiento, obteniendo muestras de SmCo/Cr isótropas con ciclos cuadrados en el plano y fuera del plano [98]. Sin embargo no hay trabajos usando *capas base* de Mo para obtener películas delgadas de SmCo con contribución a la anisotropía magnética (eje fácil) fuera del plano. En el capítulo 8 de este trabajo, se estudiará la dependencia de la composición, las propiedades magnéticas y las fases cristalinas en función de la presión de crecimiento y de la presencia de una *capa base* de Mo (*sputtering*) y Cr (PLD), de películas delgadas de SmCo. Además, las películas de SmCo se someterán a diferentes tratamientos térmicos posteriores a su crecimiento con el objetivo de conseguir una contribución a la anisotropía magnética fuera del plano.

Capítulo 7

Desarrollo del dispositivo MANTIS

El dispositivo MANTIS basa su funcionamiento en la vibración de una cabeza sensora, consistente en una membrana con un material magnético en su superficie, en el seno de un gradiente de campo magnético alterno creado por cuatro bobinas. La detección se lleva a cabo mediante un sistema ópticoelectrónico.

Al aproximar un material magnético a la cabeza sensora del sistema de detección, su momento magnético genera un gradiente de campo magnético que a su vez da lugar a una fuerza magnética externa que altera la vibración del sistema y hace que cambie el modo en que vibra la cabeza sensora. Puesto que este cambio en la vibración es proporcional al gradiente de campo magnético creado por el material, si se cuantifica y se mide el cambio en la vibración de la cabeza sensora se obtiene el valor de dicho gradiente de campo magnético.

A continuación se describen los elementos que componen el dispositivo, cuya representación esquemática se muestra en la figura 7.1:

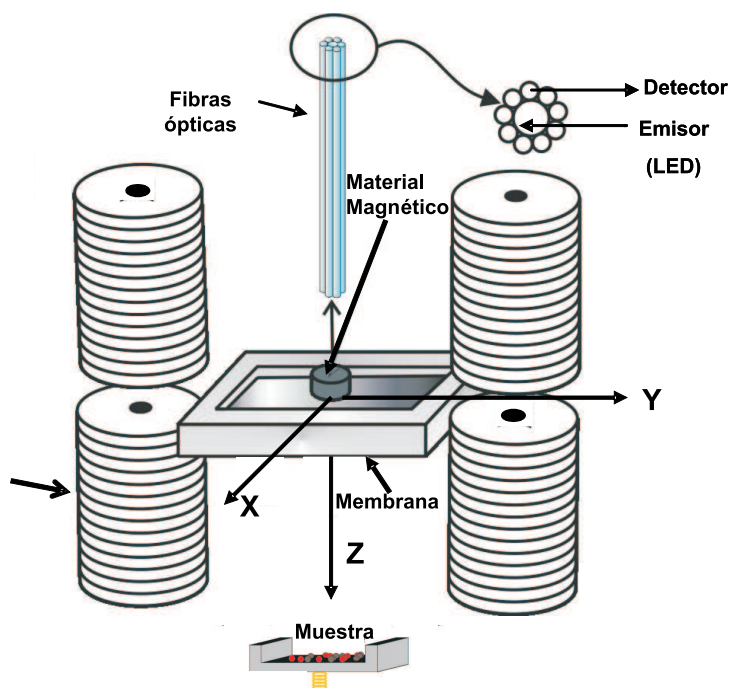


Figura 7.1. Esquema representativo del sistema experimental de medida.

7.1. Cabeza sensora

La cabeza sensora consiste en una membrana cuadrada de silicio sobre la que se fija un material magnético que puede ser un imán comercial permanente pegado a la membrana o una película delgada de un material magnético duro crecido mediante técnicas de crecimiento como PLD o *sputtering* (el material magnético se encuentra adherido a la membrana, bien mediante un pegamento si se trata de un imán comercial, bien depositado directamente mediante una técnica de crecimiento).

7.1.1. Soporte: Membranas

Se trata de una membrana cuadrada de silicio (100), con un borde externo de $525\ \mu\text{m}$ de espesor y una parte interna cuadrada más delgada cuyo espesor se encuentra entre 13 y $16\ \mu\text{m}$. Esta zona interna más delgada es la zona donde se fija el material magnético. La dimensión externa de la membrana de silicio es de $12\ \text{mm} \times 12\ \text{mm}$, mientras que la dimensión interna es de $5\ \text{mm} \times 5\ \text{mm}$ (figura 7.2 (a)). El borde exterior de la membrana es más grueso para poder fijar el conjunto membrana más imán a una arandela, que hace de soporte de la cabeza sensora, sin romperlo (figura 7.2 (b)).

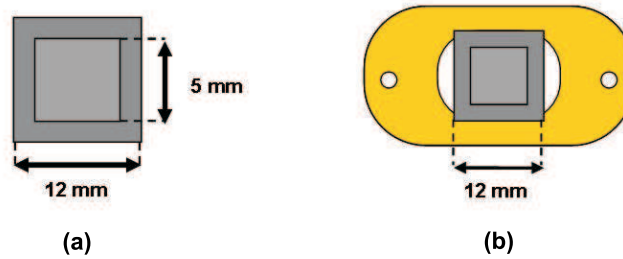


Figura 7.2. (a) Dimensiones de la membrana de silicio. (b) Esquema de membrana de silicio sujeta a una arandela.

7.1.2. Imanes comerciales de SmCo

Inicialmente se utilizaron imanes comerciales de SmCo de $1.5\ \text{mm}$ de altura y $3\ \text{mm}$ de diámetro (figura 7.3). Estos imanes tienen una fuerte y definida anisotropía perpendicular con un valor de imanación de $0.8\ \text{T}$ perpendicular a la superficie del imán, lo que significa un valor para su momento magnético de $6.75 \cdot 10^{-3}\ \text{Am}^2$, dirigido en esta dirección.

Las dimensiones del imán se eligieron con la idea de que pudiera situarse centrado en la zona interna de la membrana sin llegar a tocar el marco externo, dejando como mínimo $1\ \text{mm}$ de distancia entre el imán y el borde de marco, y procurando siempre someter la membrana a la menor tensión posible debida al peso del imán. El reto

consiste en llegar a un compromiso entre el momento magnético del imán necesario para el funcionamiento del sistema y sus dimensiones.

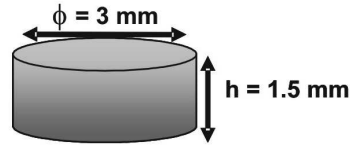


Figura 7.3. Dimensiones del imán de SmCo.

7.2. Sistema de excitación magnética: Configuración de las bobinas

Son muchas las configuraciones de bobinas que se pueden usar con el objetivo de generar un gradiente de campo magnético [87]. Teniendo en cuenta que se pretende obtener un gradiente de campo magnético lo más homogéneo e intenso posible en la zona donde se encuentra la cabeza sensora, la configuración elegida para nuestro sistema consiste en una configuración formada por cuatro bobinas a la que se aplica una corriente alterna para crear un campo magnético alterno y por lo tanto, un gradiente de campo magnético alterno. Este gradiente da lugar a una fuerza magnética alterna que actúa sobre el imán, excitando la cabeza sensora. Tanto en la figura 7.1 como en la figura 7.4 se muestra cómo está colocada la membrana con el imán respecto a la configuración de bobinas así como el sistema de referencia usado para las simulaciones. Además, en la figura 7.4 se definen las distancias L y d que, como se explicará más adelante, serán de gran importancia a la hora de optimizar el sistema para obtener el máximo valor de gradiente de campo magnético creado por la configuración de bobinas.

Las componentes del campo magnético creado por una espira en coordenadas cilíndricas son [113]:

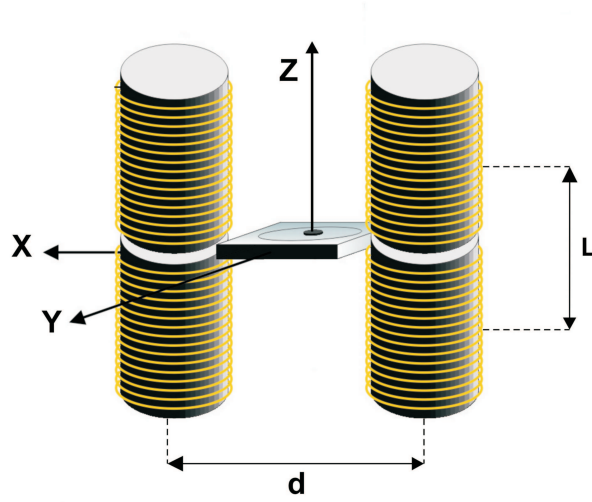


Figura 7.4. Esquema explicativo de la configuración de cuatro bobinas, en la que se muestran los parámetros geométricos utilizados en los cálculos.

$$B_\rho = \frac{\mu_0 I k z}{4\pi \rho \sqrt{a\rho}} \left[-J_1(k) + \frac{a^2 + \rho^2 + z^2}{(a - \rho)^2 + z^2} \cdot J_2(k) \right] \quad (7.1)$$

$$B_\varphi = 0 \quad (7.2)$$

$$B_z = \frac{\mu_0 I k}{4\pi \sqrt{a\rho}} \left[J_1(k) + \frac{a^2 - \rho^2 - z^2}{(a - \rho)^2 + z^2} \cdot J_2(k) \right] \quad (7.3)$$

donde I es la intensidad de la corriente que se hace pasar por la espira, a el valor del radio de la espira, $J_1(k)$ y $J_2(k)$ las integrales elípticas de Legendre de primera y segunda clase y,

$$k = \sqrt{\frac{4a\rho}{(a + \rho)^2 + z^2}} \quad (7.4)$$

$$\rho = \sqrt{x^2 + y^2} \quad (7.5)$$

Puesto que se va a trabajar con las componentes cartesianas de la fuerza magnética, se expresarán las componentes del campo magnético en estas coordenadas. El valor de B_z es ya conocido (ecuación 7.3), mientras que las componentes del campo B_x y B_y se pueden calcular fácilmente partiendo de las componentes cilíndricas.

$$B_x = B_\rho \frac{x}{\rho} \quad (7.6)$$

$$B_y = B_\rho \frac{y}{\rho} \quad (7.7)$$

Estas expresiones se usaron en un programa de simulación desarrollado en MATLAB con el objetivo de calcular los campos B_x , B_y y B_z creados por la configuración de cuatro bobinas dependiendo de las distancias L y d entre las bobinas y de sus dimensiones. Del mismo modo, los gradientes de campo magnético fueron simulados y calculados con el fin de obtener el valor de la fuerza magnética creada sobre el imán de la cabeza sensora. Es importante hacer notar que para el cálculo del campo y del gradiente de campo magnético en un punto determinado, el programa tiene en cuenta la distancia real a la que se encuentra cada una de las espiras que componen cada bobina, además de su radio real (ya que cada bobina se compone de varias capas que dan lugar a espiras de distinto radio). Por lo tanto, a partir de las simulaciones realizadas se puede calcular y optimizar la fuerza de excitación del sistema para una configuración dada. La fuerza creada por un gradiente de campo magnético sobre un imán es:

$$\vec{F} = \nabla(\vec{m} \cdot \vec{B}) \quad (7.8)$$

donde \vec{m} es el vector del momento magnético del imán y \vec{B} es el vector del campo magnético creado por la configuración de bobinas. Las componentes cartesianas de la fuerza, para $\nabla \vec{m} = 0$, están definidas por las siguientes expresiones:

$$F_x = m_x \frac{\partial B_x}{\partial x} + m_y \frac{\partial B_y}{\partial x} + m_z \frac{\partial B_z}{\partial x} \quad (7.9)$$

$$F_y = m_x \frac{\partial B_x}{\partial y} + m_y \frac{\partial B_y}{\partial y} + m_z \frac{\partial B_z}{\partial y} \quad (7.10)$$

$$F_z = m_x \frac{\partial B_x}{\partial z} + m_y \frac{\partial B_y}{\partial z} + m_z \frac{\partial B_z}{\partial z} \quad (7.11)$$

Puesto que el imán tiene imanación uniaxial a lo largo del eje z , el vector del momento magnético puede considerarse únicamente en esta dirección y de módulo constante. De esta forma, las expresiones correspondientes al valor de la fuerza en los diferentes ejes quedarán reducidas a:

$$F_x = m_z \frac{\partial B_z}{\partial x} \quad (7.12)$$

$$F_y = m_z \frac{\partial B_z}{\partial y} \quad (7.13)$$

$$F_z = m_z \frac{\partial B_z}{\partial z} \quad (7.14)$$

Por lo tanto, la componente relevante del campo magnético para nuestro sistema es la componente B_z , y las componentes significativas del gradiente de campo magnético para las simulaciones son las que aparecen en las ecuaciones 7.12, 7.13 y 7.14. A partir de ahora, en todo el trabajo, las referencias al campo y al gradiente magnético corresponderán a estas componentes. Es importante remarcar que las componentes de la fuerza F_x y F_y contribuyen al valor total de la fuerza magnética. Estas componentes han sido calculadas mostrando valores varios órdenes de magnitud menores que en el caso de la componente F_z . Así, cuando se hable de fuerza magnética se estará hablando en todo momento de F_z , cuya dependencia con el gradiente es la mostrada en la ecuación 7.14.

Para conseguir un valor de la fuerza sobre el imán lo más homogénea e intensa posible se llevó a cabo una optimización del sistema. Para ello, se realizaron simulaciones cambiando la distancia entre cada par de bobinas (distancia d de la figura 7.4), y entre las bobinas de cada par (distancia L de la figura 7.4) hasta encontrar la combinación que da lugar al valor de gradiente de campo magnético más

alto y homogéneo en la zona de la posición del imán. Hay que tener en cuenta que la distancia d tiene un límite, ya que debe permitir la ubicación del soporte de la cabeza sensora. Además, también se llevó a cabo una optimización de las dimensiones de las bobinas del conjunto. Para ello, se realizaron simulaciones cambiando el grosor del cable, con la correspondiente intensidad máxima que podía pasar por él, el radio interno r , el radio externo R y la longitud l de las mismas.

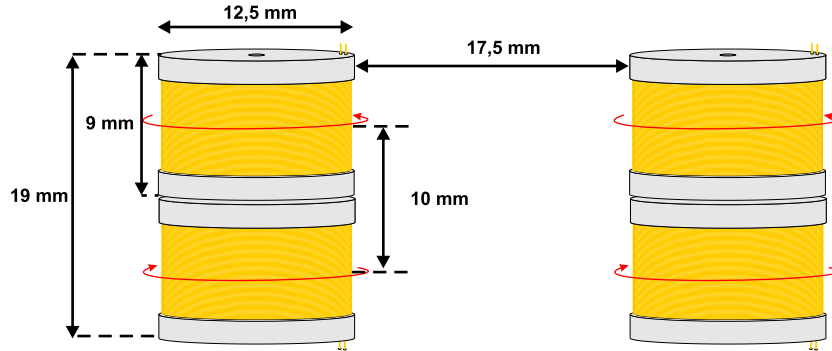


Figura 7.5. Distancias del sistema optimizadas.

El valor del gradiente de campo magnético aumenta de forma inversamente proporcional a la distancia d entre los pares de bobinas y proporcionalmente a la diferencia de radios ($R-r$) ya que cuanto mayor sea esa diferencia, mayor será el número de espiras de la bobina. Hay que llegar a un compromiso entre estas dos dimensiones. Para evitar que el sistema aumente mucho de tamaño, se fija tanto el valor de R como el de l en 6 mm mientras que el valor del radio interno se fija en 0.5 mm, ya que ha de ser lo más pequeño posible. Con este radio externo, la distancia d óptima es de 30 mm. Por otro lado, el gradiente presenta un máximo para $L = 10-11$ mm. La distancia L se fija por lo tanto en 10 mm. En cuanto al diámetro del cable utilizado para la fabricación de las bobinas se decidió que fuera de 0.25 mm para alcanzar un compromiso entre el número de espiras que se pueden bobinar y la intensidad máxima que se puede hacer pasar por el cable. Las figuras 7.5 y 7.6 muestran las dimensiones finales del sistema y de la bobina, una vez optimizadas.

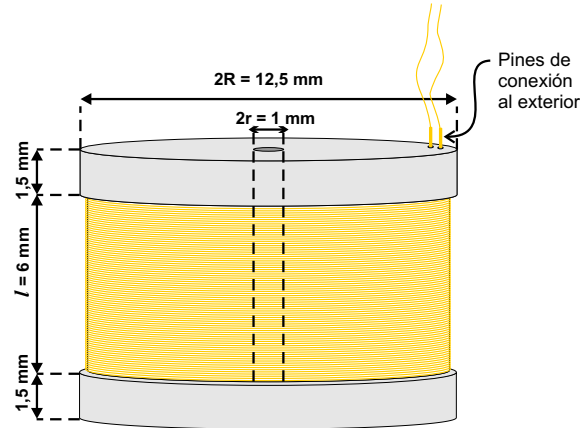


Figura 7.6. Dimensiones optimizadas de las bobinas.

Las cuatro bobinas son idénticas (0.5 mm de radio interno, 6 mm de radio externo, 6 mm de altura y 528 vueltas). Mediante simulaciones se estudiaron dos posibilidades, dependiendo de la dirección relativa de la corriente a través de cada bobina, con el objetivo de conocer los gradientes de campo magnético a lo largo de varios planos YZ, estando el sistema centrado en $x = 0$.

Las figuras 7.7 y 7.8 muestran la intensidad y dirección del gradiente de campo magnético creado por ambas configuraciones en el lugar donde estaría colocado el imán, centrado respecto al sistema de cuatro bobinas. Las flechas rojas de las figuras 7.7 y 7.8 representan la dirección del campo magnético dentro de cada bobina. Las flechas azules y moradas representan la intensidad y dirección del gradiente de campo magnético creado por la configuración de cuatro bobinas en las tres superficies representadas; la superficie superior, inferior e intermedia, que simulan respectivamente las superficies superior, inferior e intermedia del imán. Puesto que el imán está centrado respecto al sistema, la superficie intermedia coincide con el centro del mismo.

Usando una intensidad de corriente de 150 mA, la *configuración 1* (figura 7.7), da lugar a valores del gradiente de campo magnético para el plano YZ ($x=0$) que van desde 290 G/m (centro) hasta 322 G/m (bordes) en la superficie superior e inferior del imán, mientras que para la superficie intermedia ($z=0$) estos valores varían desde

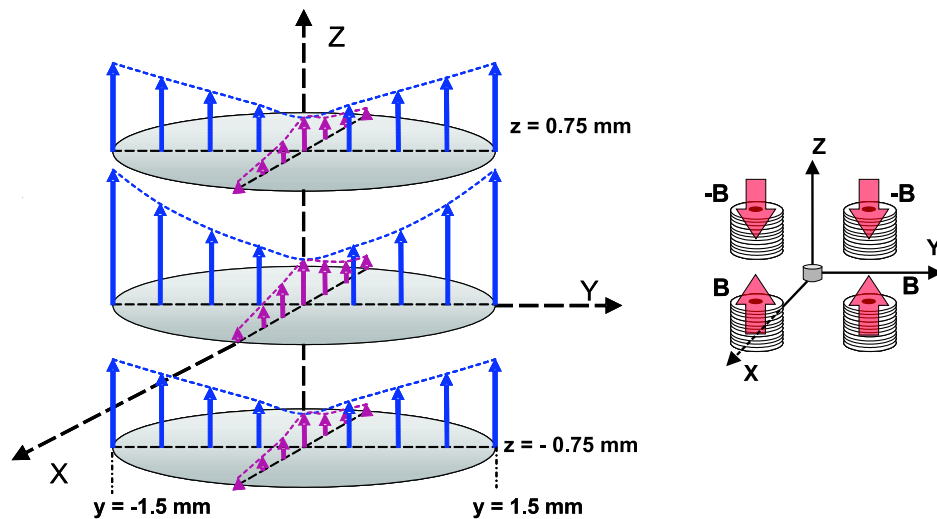


Figura 7.7. Esquema en 3D del gradiente de campo magnético creado por la *configuración 1* de bobinas. A la derecha, el esquema de la configuración. El tamaño de las flechas no es proporcional al valor del gradiente.

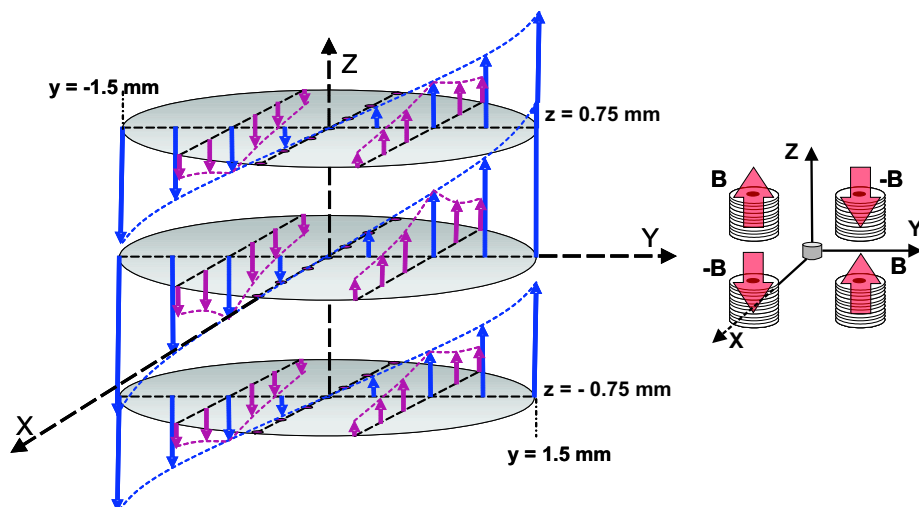


Figura 7.8. Esquema en 3D del gradiente de campo magnético creado por la *configuración 2* de bobinas. A la derecha, el esquema de la configuración. El tamaño de las flechas no es proporcional al valor del gradiente.

295 G/m (centro) hasta 328 Gauss/m (bordes). Para el plano XZ ($y=0$) los valores de gradiente en la superficie superior e inferior, cambian desde 290 G/m (centro) hasta 50 G/m (bordes), mientras que para la superficie intermedia del imán van desde 295 G/m (centro) hasta 20 G/m (bordes). Por lo tanto, esta configuración excita la cabeza sensora forzándola a vibrar arriba y abajo.

Por otro lado, la *configuración 2* (figura 7.8), da lugar a valores del gradiente de campo magnético para el plano YZ ($x=0$) que van desde -130 G/m (borde izquierdo) hasta 130 G/m (borde derecho) para la superficie superior e inferior del imán, mientras que para la superficie intermedia ($z=0$) estos valores varían desde -135 G/m (borde izquierdo) hasta 135 G/m (borde derecho), siendo cero a lo largo del eje z para $y=0$. Para el plano XZ ($y=0$) no existe gradiente de campo magnético aplicado (es cero en todo el plano). Esta configuración da lugar a una vibración de la cabeza sensora que fuerza al imán a cabecear a lo largo el eje y .

La corriente alterna que se hace pasar por la configuración de bobinas se aplica mediante una señal de voltaje alterno suministrada por un amplificador lock-in EG&G 5110. El cambio mínimo en frecuencia que permite el lock-in es de 1 Hz.

Para entender el efecto que tiene cada una de las configuraciones sobre la vibración de la cabeza sensora, es necesario entender primero los diferentes modos de vibración de una membrana cuadrada y elástica.

Los primeros cuatro modos de vibración se muestran en la figura 7.9. Estos modos de vibración corresponden a las cuatro primeras frecuencias de resonancia de una membrana cuadrada y elástica de $16\text{ }\mu\text{m}$ de espesor. Recordando que el imán está fijo a la superficie de la membrana y centrado en ella, podemos suponer que la forma de vibrar al añadir el imán al sistema no se verá alterada. Bajo esta suposición, se puede comprobar que el primer modo forzaría al imán a vibrar arriba y abajo (figura 7.9 (a)). El segundo y el tercer modo son muy similares y forzarían al imán a vibrar a lo largo de una de sus diagonales, de forma que durante la vibración el imán cabecearía inclinándose a ambos lados de la diagonal (figura 7.9 (b) y (c)). El cuarto modo sin embargo, apenas produciría vibración del imán (figura 7.9 (d)).

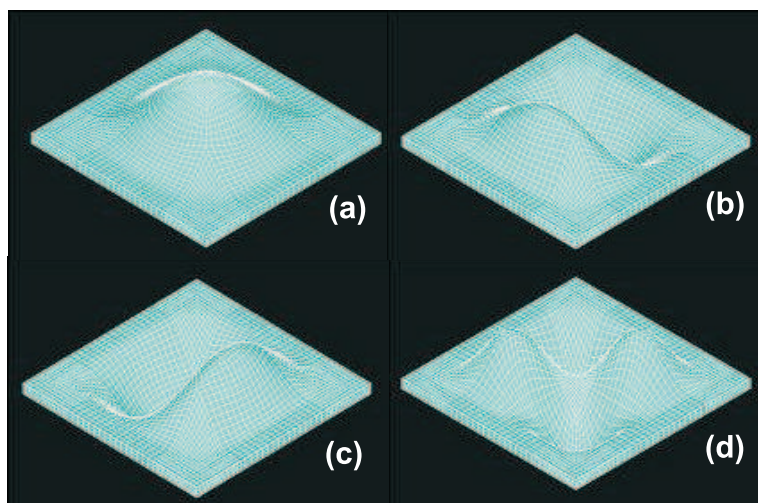


Figura 7.9. Modos de resonancia de una membrana cuadrada de $16\ \mu\text{m}$ de espesor obtenidos mediante simulaciones en ANSYS. (a) primer modo, (b) segundo modo, (c) tercer modo y (d) cuarto modo.

Para comprobar que la presencia del imán no afecta significativamente a los modos de vibración de la membrana, se realizaron simulaciones del conjunto membrana más imán usando el *método de elementos finitos* mediante un programa de simulación llamado ANSYS Multiphysics®. Estas simulaciones se llevaron a cabo en colaboración con el *CNM*. Las figuras 7.10 (a) y (b) muestran, respectivamente, el resultado de las simulaciones de ANSYS del primer y segundo modo de vibración para una membrana con un imán fijo a su superficie. Como se puede comprobar, el primer modo fuerza al imán a vibrar arriba y abajo, mientras que el segundo lo fuerza a vibrar a lo largo de una de sus diagonales. Esto confirma que la forma de vibrar de la membrana cuadrada no se ve alterada al fijar el imán centrado sobre su superficie. El tercer modo no se muestra, ya que coincide con el segundo cuando el imán se encuentra bien centrado, y el cuarto no se ha simulado por carecer de interés para nuestro estudio.

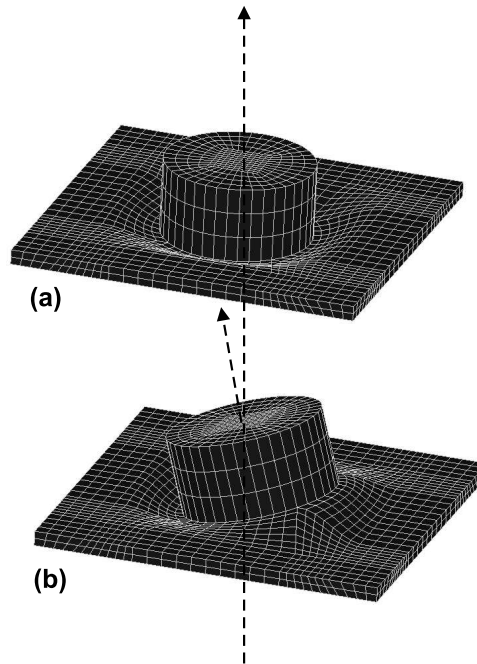


Figura 7.10. Simulación de los modos de resonancia de vibración para una membrana cuadrada con un imán fijo a su superficie (a) primer modo, (b) segundo modo.

Si volvemos a las dos configuraciones posibles de bobinas, queda claro que la *configuración 1* contribuye a reforzar el primer modo de vibración, mientras que la *configuración 2* contribuye a reforzar el segundo y tercer modo. Desde el punto de vista de la detección, en nuestro sistema es mucho más sencillo detectar el primer modo de vibración. Teniendo esto en cuenta, se decidió que la *configuración 1* era la configuración óptima para llevar a cabo las medidas. Aún así, algunas medidas se realizaron usando la *configuración 2* confirmándose que la detección empeora en este caso.

7.3. Sistema de detección óptica

Este sistema de detección ha sido desarrollado por Víctor de Manuel. El sistema de detección es el encargado de medir los cambios en la oscilación de la cabeza sensora, de modo que sea posible relacionar este cambio de oscilación con el gradiente creado por un material magnético próximo al sistema, o lo que es lo mismo, con su valor de momento magnético.

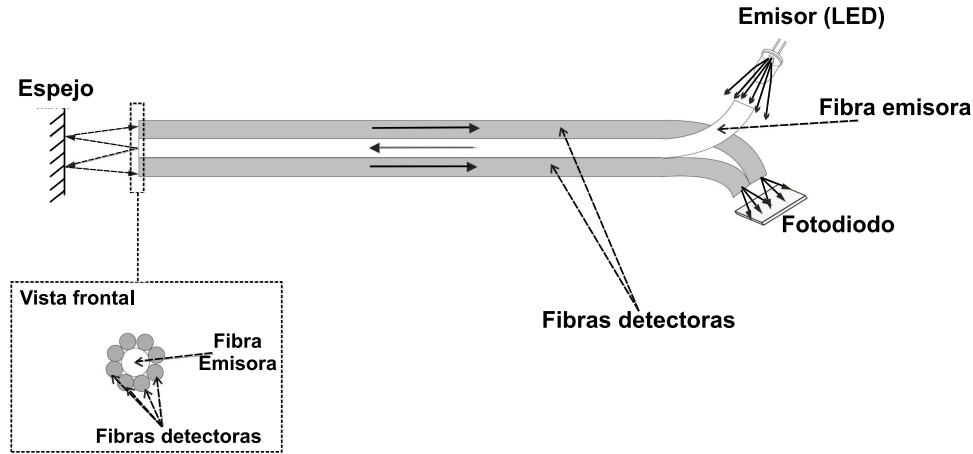


Figura 7.11. Esquema del sistema de detección óptica.

Aunque la detección, como se explicará más adelante, se lleva a cabo en el estado de resonancia del sistema, las deformaciones medidas de la membrana son muy pequeñas. Este hecho hace necesario invertir un gran esfuerzo en aumentar la relación señal-ruido (*Signal-to-Noise Ratio*-SNR) del sistema. Debido a esta razón, la detección mecánica ha sido descartada. En su lugar, se ha desarrollado un dispositivo de detección óptica basada en técnicas de fibra óptica de alta resolución.

En este sistema de detección optoelectrónica, muy similar a otros sistemas desarrollados con anterioridad [114,115], la luz proviene de un diodo emisor de luz (LED) y es guiada, mediante una fibra óptica de Polimetil-Metacrilato (PMMA) de 1 mm de diámetro hasta una superficie especular que en nuestro caso es la superficie del imán de la cabeza sensora del sistema.

Esta luz es reflejada por la superficie del imán y recogida por las fibras detectoras (0.5 mm de diámetro) situadas alrededor de la fibra emisora tal y como se muestra en el esquema del dispositivo mostrado en la figura 7.11. Una vez en las fibras detectoras, la luz es conducida hasta un fotodiodo que detectará mayor o menor intensidad de luz dependiendo de la distancia entre la superficie especular que refleja la luz y el extremo de las fibras. La luz recibida produce una fotocorriente que se mide mediante un amplificador de transimpedancia. La variación en la intensidad de la luz detectada es una medida de la variación de la distancia entre el imán y el extremo de las fibras detectoras.

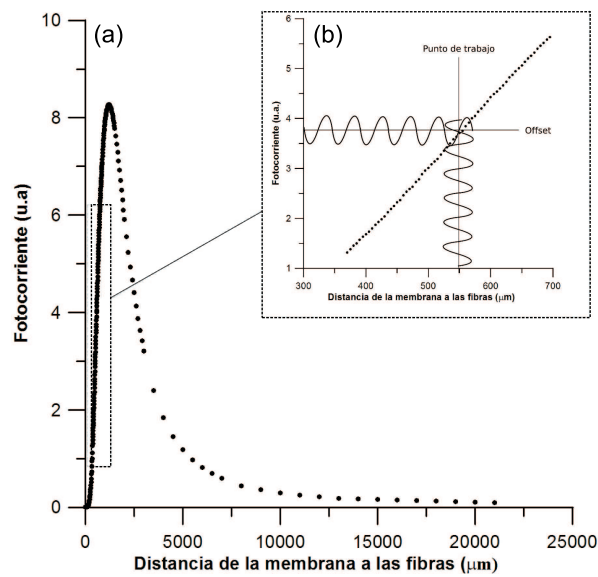


Figura 7.12. (a) Respuesta del dispositivo dependiendo de la distancia a la superficie especular. (b) Detalle de la zona lineal de la gráfica e hipotética vibración de la cabeza sensora con la correspondiente respuesta del dispositivo.

La figura 7.12 muestra el voltaje medido por el fotodiodo, proporcional a la amplitud de vibración, como función de la distancia a la superficie especular. Se puede comprobar que la mejor zona de detección, que corresponde con la zona lineal y con la zona de mayor pendiente de la curva, se encuentra entre los valores de

distancia de 400 y 700 μm . La parte central de esta zona es la que se toma como punto de trabajo para llevar a cabo las medidas.

Una vez que el sensor se sitúa en la zona de trabajo definida anteriormente, se miden las variaciones sinusoidales del voltaje correspondientes a la vibración de la cabeza sensora. La salida de este circuito se conecta a un amplificador lock-in EG&G 5110 para su posterior detección en fase tal y como se muestra en la figura 7.13.

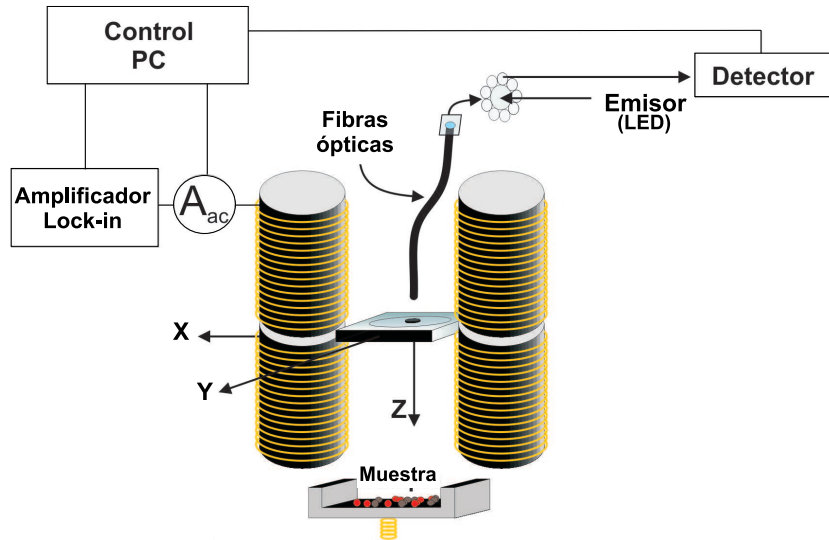


Figura 7.13. Diagrama de bloques representativo del sistema.

La calibración del sensor de fibras ópticas se realiza mediante un altavoz piezoeléctrico, de característica amplitud-voltaje conocida, al que se fija un imán idéntico a los usados para la cabeza sensora ya que todas las medidas se llevarán a cabo midiendo la luz reflejada sobre su superficie. La figura 7.14 muestra la señal recibida por el amplificador lock-in frente a la amplitud de vibración del piezoeléctrico. Cada valor de la gráfica es el promedio de un total de 100 medidas de amplitud. Un ajuste por el método de mínimos cuadrados da un valor de pendiente de $1.9562 \pm 0.0045 \text{ mV}/\mu\text{m}$. Para determinar la incertidumbre se usa la desviación estandar de cada punto. Esta desviación resulta ser de 4 nm en el rango

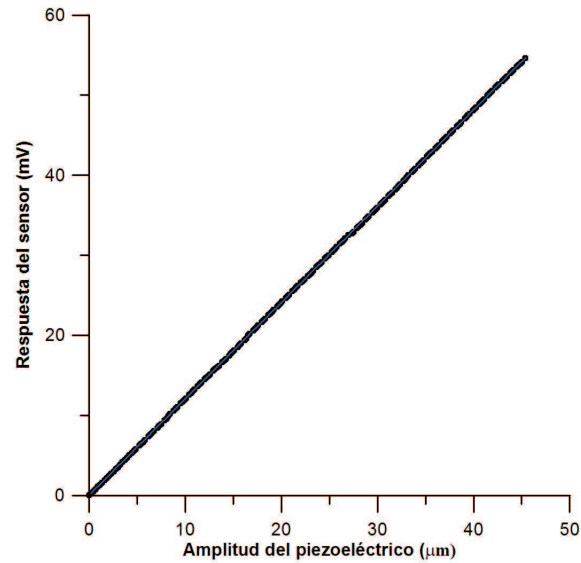


Figura 7.14. Respuesta del dispositivo (situado en la zona lineal de la figura 7.12) para la vibración de un altavoz piezoeléctrico.

de 100-1000 nm, comprobándose que el sistema de medida puede llegar a detectar deformaciones en la membrana de hasta 10 nm.

Debido al ruido de las medidas, el mínimo cambio en voltaje que puede ser medido es de 0.1 mV, lo que significa que la mínima deformación que se puede detectar de manera fiable, es de aproximadamente 50 nm. Entre las fuentes de ruido se encuentran: la vibración de las bobinas a frecuencias superiores a 500 Hz, el ruido procedente de los equipos de medida y fuentes de alimentación y el hecho de que el sistema no se encuentre en vacío. Todos estas fuentes de ruido son susceptibles de ser mejoradas y en algunos casos, como el del ruido debido a la vibración de las bobinas, eliminadas. Por otro lado y puesto que como se ha explicado anteriormente, el mínimo cambio en frecuencia que permite este lock-in es de 1 Hz, el mínimo cambio detectable en frecuencia será igualmente de 1 Hz. Además, para la mayor parte de nuestras medidas 50 nm es un valor de incertidumbre suficiente.

* Las gráficas de las figuras 7.11, 7.12 y 7.14 han sido cedidas por *Victor de Manuel* (LOE).

7.4. Prototipos del sistema

Una vez descritos los componentes que conforman el dispositivo, y puesto que estamos tratando el desarrollo de un dispositivo experimental, el siguiente paso es diseñar un prototipo del sistema con el fin de caracterizarlo y proceder a su posterior optimización. El primer prototipo fabricado del sistema es el que se describe a continuación:

7.4.1. Prototipo 1

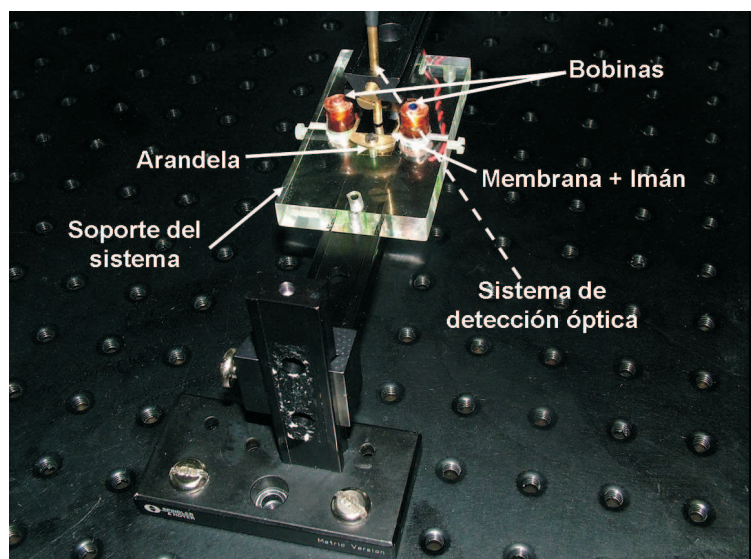


Figura 7.15. Primer prototipo del gradiómetro MANTIS.

El primer prototipo del sistema se muestra en la figura 7.15. Este prototipo consta de un soporte rectangular de metacrilato provisto de dos cavidades circulares en los extremos del soporte del tamaño de las bobinas y de una rectangular de mayor tamaño en el centro que permite la vibración de la cabeza sensora. La cabeza sensora se fija al sistema mediante una arandela que inicialmente se fabricó de una aleación de latón y níquel y finalmente acabó siendo de aluminio con el objetivo de reducir el ruido magnético. La membrana queda encajada en la arandela de forma

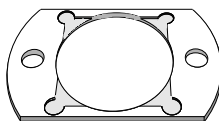


Figura 7.16. Forma de la arandela de latón/alumnio que sirve de soporte para la cabeza sensora (membrana con imán).

que posteriormente todo el conjunto puede ser atornillado al soporte del sistema. La forma de la arandela se muestra en la figura 7.16. Los agujeros de los extremos sirven para atornillar la arandela al soporte de metacrilato y los rebajes circulares de las esquinas del cuadrado sirven para poder aplicar fácilmente un pegamento líquido que permita fijar las esquinas de la membrana una vez que se ha posicionado sobre la arandela, reduciendo así el riesgo de rotura.

Para comenzar a realizar medidas con el sistema, la cabeza sensora debe estar centrada respecto a la configuración de bobinas, ya que es la zona donde la vibración es más homogénea. El siguiente paso es realizar un análisis dinámico del sistema para obtener su curva de resonancia. Las medidas se llevan a cabo en el estado de resonancia del sistema ya que los valores de amplitud de la señal detectada en este estado son significativamente mayores, facilitando su detección.

El centrado del imán en la membrana, y de la cabeza sensora en su conjunto respecto a la configuración de cuatro bobinas, es un factor muy importante ya que influye en la curva de resonancia que se obtiene del sistema. El prototipo inicial fabricado presenta un problema respecto a este centrado ya que, según como haya quedado centrado el imán en la membrana, así lo estará todo el conjunto de la cabeza sensora respecto a la configuración de cuatro bobinas. El centrado del imán en la superficie de la membrana se lleva a cabo mediante un útil de pegado fabricado explícitamente con este fin y que se encuentra explicado en el apartado 2.6 del capítulo de técnicas experimentales. Sin embargo, el centrado de la cabeza sensora respecto a la configuración de bobinas es más complicado en este primer prototipo. El problema de este centrado se explica más detalladamente en el *Apéndice A*, y se

basa en el hecho de que el soporte de metacrilato fija la posición de la arandela que sujeta la cabeza sensora.

En cuanto al pegado del imán sobre la superficie de la membrana, hay que tener en cuenta que no todos los pegamentos tienen las mismas propiedades elásticas ni fijan de igual manera el imán a la superficie, de modo que influyen en la forma de vibrar de la cabeza sensora y por lo tanto, en las frecuencias de resonancia del sistema. Este prototipo se utilizó para estudiar los pegamentos más adecuados para la fijación de los imanes en las membranas.

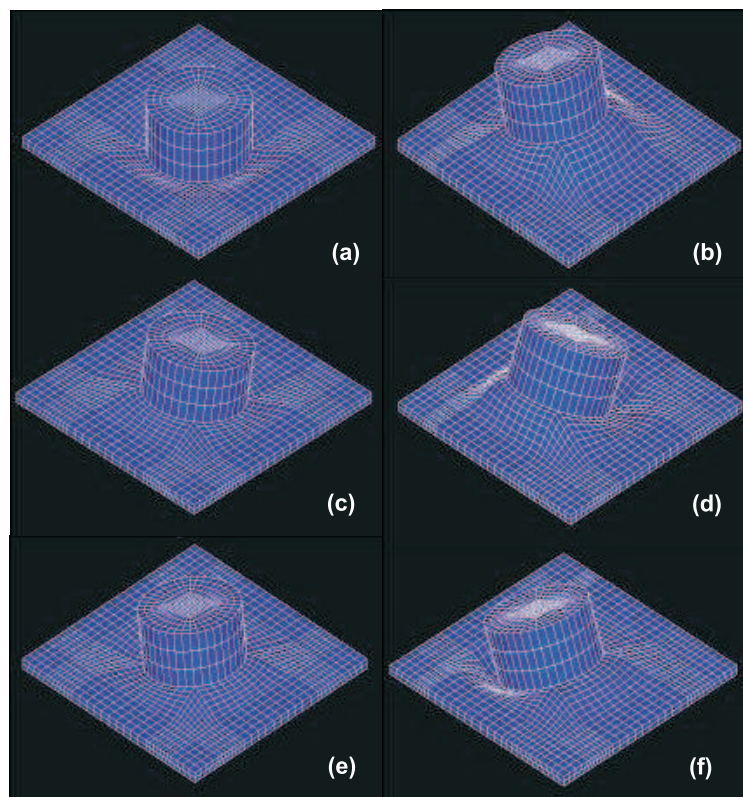


Figura 7.17. Simulaciones en ANSYS de los tres primeros modos de vibración de la membrana con el imán centrado ((a) primer modo, (c) segundo modo y (e) tercer modo) y con el imán descentrado $500 \mu\text{m}$ ((b) primer modo, (d) segundo modo y (f) tercer modo).

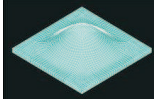
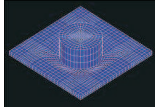
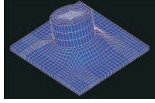
	f_r (Hz) sin imán 	f_r (Hz) con imán centrado 	f_r (Hz) con imán descentrado 500 μm 
Modo 1	9441	1312	1114
Modo 2	19264	1697	1814
Modo 3	19264	1697	2920
Modo 4	28425	67930	46875

Tabla 7.1. Tabla de las frecuencias de resonancia obtenidas mediante simulaciones en ANSYS de una membrana de 16 μm de espesor (5 mm x 5 mm) sin imán y con imán centrado y descentrado. Las dimensiones del imán de SmCo son 1.5 mm de altura, 3 mm de diámetro y densidad de 7611 Kg/m³.

Antes de realizar todas las pruebas con los diferentes pegamentos, se realizaron simulaciones en ANSYS de las membranas sin imán y con imán con el objetivo de conocer las frecuencias de resonancia teóricas de estos sistemas y así poder comparárlas con los resultados experimentales. La simulación de la oscilación de la membrana en los diferentes modos de vibración, con el imán centrado y descentrado, se muestra en la figura 7.17.

Mediante estas simulaciones se comprobó que cuando el imán no se encuentra perfectamente centrado en la membrana, sino que está ligeramente desplazado del centro, el segundo pico de resonancia, que es el correspondiente al segundo y tercer modo de vibración, se divide en dos picos de frecuencias muy próximas. Las frecuencias obtenidas de las simulaciones de la membrana con y sin imán (centrado y descentrado 500 μm), se muestran en la tabla 7.1.

Se comprueba que el caso de que el imán se encuentre bien centrado en la membrana, las frecuencias de resonancia de los modos 2 y 3 coinciden, mientras que al encontrarse ligeramente descentrado el imán estas dos frecuencias se separan aumentando su valor respecto al caso en el que el imán se encuentra perfectamente centrado y difiriendo entre ellas aproximadamente 1 kHz.

Además, para comprender mejor la influencia del descentrado del imán sobre la superficie de la membrana, se realizaron simulaciones descentrando el imán de SmCo tanto a lo largo de uno de los ejes de la membrana (x o y), como en la diagonal. La gráfica 7.18 muestra los resultados obtenidos mediante las simulaciones en ANSYS. Se puede observar como el primer modo disminuye ligeramente desde 1300 Hz hasta 1100 Hz, al descentrar el imán tanto en el eje como en la diagonal. En el caso del segundo y tercer modo la variación es más pronunciada. En ambos modos, al aumentar el descentrado aumenta la frecuencia de resonancia. Sin embargo, la frecuencia correspondiente al modo 2 varía más cuando el imán se descentra a lo largo de la diagonal, mientras que en el caso del modo 3 la variación es mayor cuando el descentrado es a lo largo del eje. Otro dato interesante, es que el desdoblamiento de la frecuencia correspondiente a los modos 2 y 3 es mucho más pronunciado en el caso del descentrado a lo largo del eje.

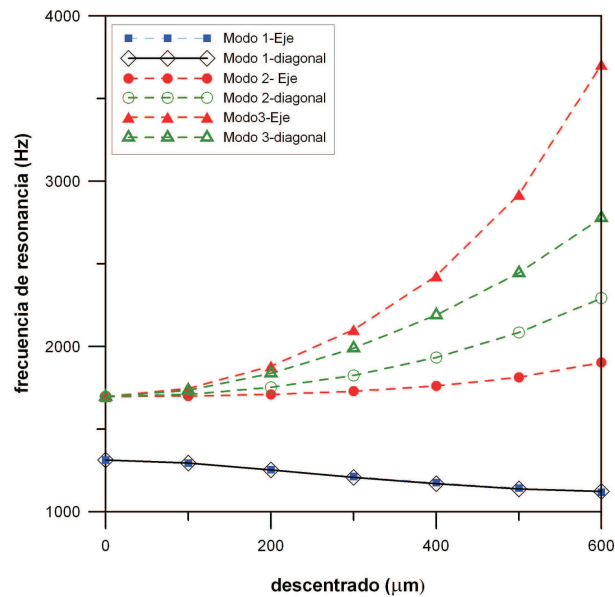


Figura 7.18. Frecuencia de resonancia en función del descentrado del imán. Resultados obtenidos mediante simulaciones en ANSYS.

Volviendo al tema de los pegamentos utilizados para fijar el imán a la membrana, del estudio de la influencia de los diferentes pegamentos que se presenta en el *Apéndice A*, y que confirman el resultado de las simulaciones respecto al desdoblamiento del pico de la segunda frecuencia de resonancia, se concluye que los mejores pegamentos son los Araldit y los CEYS ya que son los que dan lugar a la vibración de la membrana con frecuencias de resonancia más próximas a las teóricas obtenidas mediante las simulaciones.

Al comenzar a estudiar la vibración de la cabeza sensora con este primer prototipo del sistema, se comprobó que cuando la membrana llevaba un tiempo vibrando, la amplitud de vibración decaía. Una de las posibles razones por las que el valor de la amplitud disminuye con el tiempo es que durante el funcionamiento del sistema, se produzca un aumento de temperatura en la membrana que altere su vibración. Para comprobar esto, se realizaron medidas de la variación de la temperatura con el tiempo colocando termopares en distintos puntos del sistema. Este estudio se presenta más detalladamente en el *Apéndice B*, donde se explica que la arandela de latón se calienta más cuando no hay membrana que cuando sí la hay, lo que parece indicar que la arandela difunde parte del calor a la membrana. El aumento de temperatura en la membrana es debido a que las bobinas disipan calor por efecto Joule, de modo que al estar sujetas al soporte de metacrilato junto con la cabeza sensora, este calor se difunde por conducción a través del soporte y calienta la arandela. El aumento de temperatura, una vez que se ha estabilizado, es de 5°C . De todas las pruebas realizadas, y que se presentan en el *Apéndice B*, se concluye que el aumento de temperatura influye en la respuesta del sistema de forma significativa y que las responsables del aumento de temperatura en la membrana son las bobinas que al calentarse transmiten el calor por conducción a través del soporte de metacrilato.

El silicio se comporta bien con la temperatura, ya que sus propiedades elásticas no se ven afectadas por este parámetro. Teniendo esto en cuenta, el factor que determina la dependencia de las propiedades de la vibración de la cabeza sensora con este aumento de temperatura es el pegamento.

7.4.2. Prototipo 2

El primer prototipo del sistema por lo tanto, presenta varios problemas que es necesario eliminar:

1. El problema del *centrado* de la cabeza sensora respecto a la configuración de bobinas. Este problema es debido al soporte de metacrilato que limita el centrado.
2. El problema del *aumento de temperatura* de la membrana que afecta a la estabilidad de la señal. Este problema vuelve a ser debido al soporte de metacrilato ya que las bobinas transmiten calor a través de él.
3. El problema del *aumento del ruido* del sistema. Se observó que las bobinas, al medir a frecuencias superiores a 500 Hz, vibraban haciendo vibrar a su vez el soporte de metacrilato, y alterando con ello la vibración de la cabeza sensora.

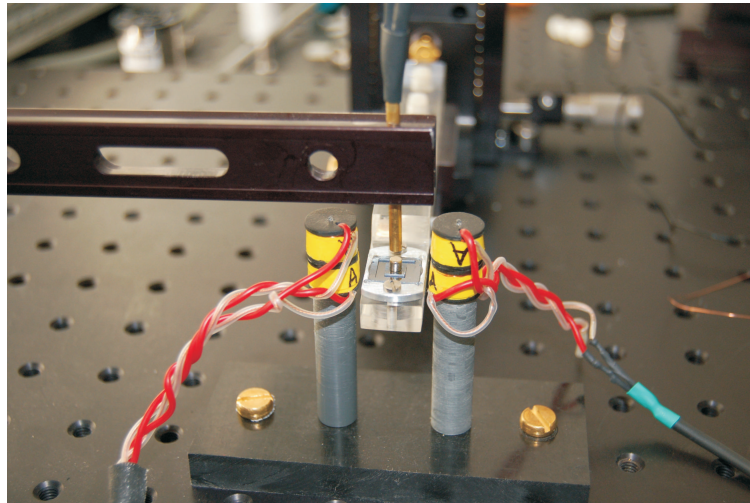


Figura 7.19. Segundo prototipo del gradiómetro MANTIS.

Todos estos problemas son debidos al soporte de metacrilato tal y como se ha explicado, de modo que el siguiente prototipo se fabricó sin este soporte y con un sistema de posicionamiento y centrado de la cabeza sensora independiente de la

configuración de bobinas. Este segundo prototipo se presenta en la figura 7.19. La influencia del centrado en este segundo prototipo de la cabeza sensora respecto a la configuración de bobinas se recoge en el *Apéndice C*.

7.4.3. Calibración del sistema: Prototipo 2

Todos los resultados mostrados a continuación se llevaron a cabo con este prototipo mejorado. Las medidas se realizaron usando una cabeza sensora formada por una membrana de silicio de 5 mm x 5 mm y 16 μm de espesor para su zona interna y un imán de SmCo de 1.5 mm de altura y 3 mm de diámetro pegado con Araldit Azul Standard. El sistema se usó en *configuración 1*.

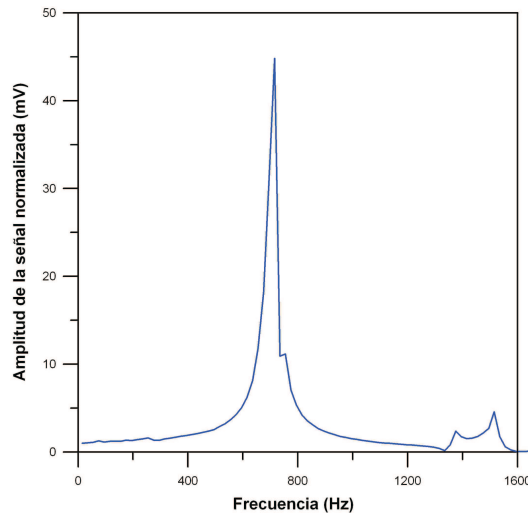


Figura 7.20. Barrido en frecuencia del sistema.

La figura 7.20 muestra el barrido de frecuencia del sistema. La frecuencia de resonancia correspondiente al primer modo de vibración se encuentra alrededor de 700 Hz y es el pico más intenso de la curva. Se aprecian otros dos picos alrededor de 1350 y 1500 Hz. Estos picos se corresponden con las frecuencias de resonancia del segundo y tercer modo de vibración respectivamente. Comparando estas frecuencias de resonancia con las obtenidas mediante las simulaciones en ANSYS (frecuencias teóricas con el imán descentrado 500 μm : 1114 Hz para el primer modo, 1814 Hz

para el segundo modo y 2920 Hz para el tercer modo), se puede comprobar que las frecuencias obtenidas experimentalmente son menores que las calculadas mediante simulaciones. Este hecho es debido fundamentalmente a dos razones:

1. Por un lado, hay que tener en cuenta la forma en que se encuentra distribuida la masa del pegamento utilizado. Como se puede comprobar en la tabla 7.1, al poner un cuerpo con masa sobre la membrana y cambiar la masa total del sistema vibrante y su distribución, o lo que es lo mismo, al cambiar su momento de inercia, los valores de frecuencia de resonancia disminuyen de manera significativa en el caso de los tres primeros modos.
2. Por otro lado, el imán se encuentra ligeramente descentrado en la membrana, lo que, según las simulaciones, da lugar a un valor más pequeño de la frecuencia de resonancia correspondiente al primer modo (tabla 7.1 y figura 7.18). Este hecho es debido, de nuevo, a un cambio en el momento de inercia del sistema vibrante.

Una vez sintonizada la frecuencia de resonancia, hay dos posibilidades en cuanto a la detección: *detección en amplitud* y *detección en frecuencia*. Ambas técnicas están basadas en el hecho de que las propiedades de oscilación de la cabeza sensora (membrana e imán) cambian cuando ésta se ve tensionada por la aproximación de un momento magnético externo, o lo que es lo mismo, cuando se encuentra en presencia de un gradiente de campo magnético. Cuando se acerca un material magnético a la cabeza sensora, sobre el imán actúa una fuerza magnética que tensiona la membrana. Esta tensión provoca que el espectro de frecuencias del sistema se desplace, de forma que las frecuencias de resonancia cambien, así como la amplitud de la señal correspondiente a una frecuencia fija. A continuación se describen los dos modos de detección utilizados:

- La *detección en amplitud (DA)*: Inicialmente se lleva el sistema a su estado de resonancia y se mide la frecuencia de resonancia sin un gradiente de campo magnético externo aplicado. Con el sistema vibrando a esa frecuencia de oscilación, se mide la amplitud de la señal en función del valor del gradiente de campo magnético.
- La *detección en frecuencia (DF)*: al igual que en el caso anterior, se mide inicialmente la frecuencia de resonancia del sistema sin un gradiente de campo magnético externo, pero en este caso, para cada valor del gradiente de campo magnético externo o distancia del material magnético a la cabeza sensora se busca la nueva frecuencia de resonancia del sistema.

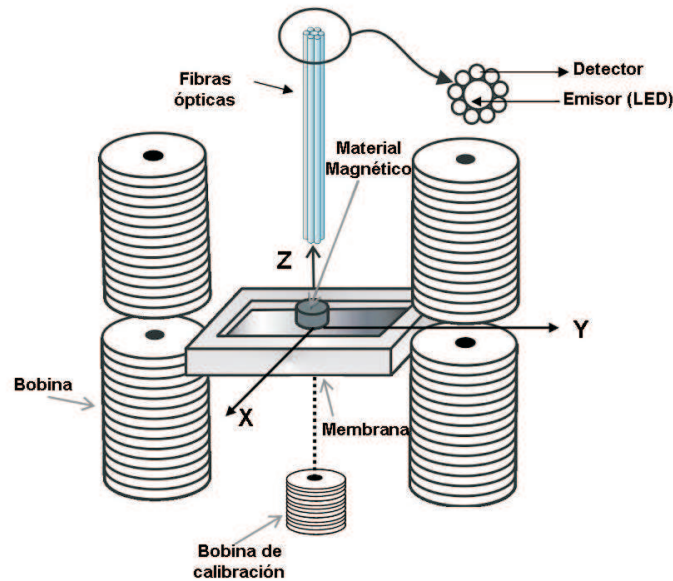


Figura 7.21. Esquema representativo de la posición de la bobina de calibración respecto al sistema.

Las medidas se llevaron a cabo usando una bobina de calibración a la que se le aplica una corriente continua en el intervalo $[-360, 360]$ mA, a una determinada distancia del sistema y centrada respecto al eje del imán. Las dimensiones de la bobina de calibración son 6 mm de altura, 0.5 mm de radio interno y 6 mm de radio externo. Para fabricarla se utilizó hilo de cobre de 0.25 mm de diámetro. El número de vueltas de la bobina es 528. La bobina puede moverse en todos los ejes. Primero se centra en los ejes x e y. Una vez centrada en ellos, se fija de modo que el único grado de libertad sea el eje z, que será la distancia que cambie para cada medida (figura 7.21). En esta posición z fija se llevarán a cabo las medidas en modo *DF* y en modo *DA* en función de la intensidad que circula por la bobina de calibración.

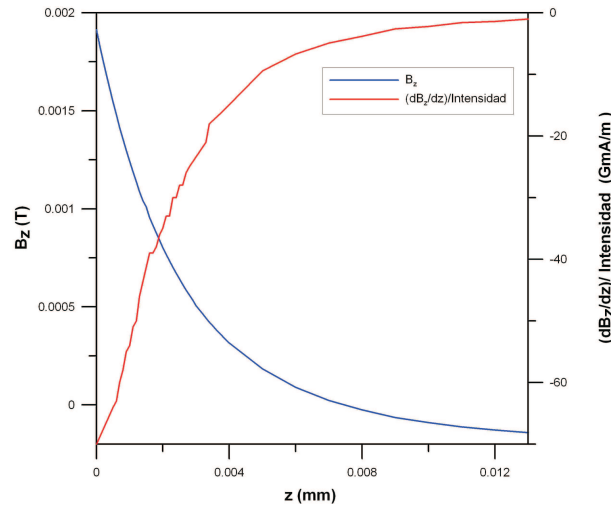


Figura 7.22. Variación del campo magnético y de su gradiente a lo largo del eje de la bobina de calibración. Valores obtenidos experimentalmente.

Con el objetivo de obtener los valores experimentales del gradiente de campo magnético que la bobina de calibración crea a lo largo de los distintos puntos de su eje se realizaron medidas del campo magnético creado por la bobina de calibración (alimentada con una corriente de 100 mA) a diferentes distancias. Para estas medidas, recogidas en la figura 7.22, se usó un *magnetómetro FW Bell 9550 series* con una sonda de efecto Hall longitudinal *SYPRIS* modelo *SAA99-0608* y un contro-

lador de movimiento *Newport XPS* para mover la sonda a lo largo del eje de la bobina. A partir de estas medidas experimentales del campo magnético creado por la bobina de calibración podemos obtener los valores experimentales de su gradiente, recogidos igualmente en la figura 7.22.

Las medidas de respuesta del sistema para el modo *DF* y para el modo *DA* a varias distancias (eje *z*), en función de la intensidad que circula por la bobina, se presentan respectivamente en las gráficas de la figura 7.23 (a) y (b).

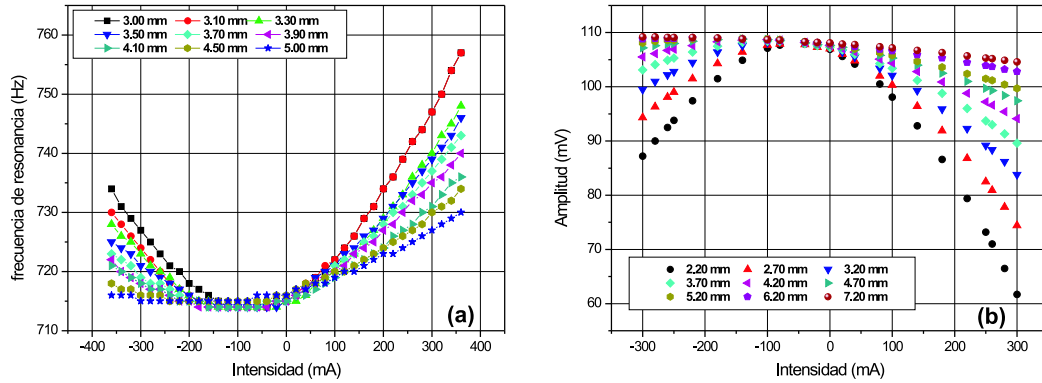


Figura 7.23. Variación de la frecuencia de resonancia del sistema (a) y de la variación de la amplitud de la señal (b), frente a la intensidad aplicada en la bobina de calibración. Para diferentes distancias entre la bobina y el imán de la cabeza sensora.

En el caso de las medidas en *frecuencia* nos centraremos en las realizadas a una distancia $z' = 3.00$ mm, mientras que el caso de las medidas en *amplitud* lo haremos para $z' = 2.20$ mm, siendo z' la distancia entre el extremo superior de la bobina y el extremo inferior del imán. Estas distancias z' se eligieron teniendo en cuenta que, dentro de los valores de distancia utilizados para llevar a cabo las medidas, son las que dan lugar a un rango mayor de gradiente de campo magnético aplicado en cada modo de detección.

Lo realmente interesante es expresar los resultados obtenidos en ambos modos de detección en función del gradiente de campo magnético creado por la bobina. Para ello, se utilizan las medidas experimentales de campo magnético de la bobina de calibración, ya que de ellas se obtiene un valor de gradiente de campo magnético

para cada valor de corriente aplicada en la bobina.

Antes de empezar a explicar los resultados obtenidos, es necesario explicar la influencia de la fuerza magnética creada por la bobina de calibración sobre la vibración de la cabeza sensora. Para facilitar la explicación, en la figura 7.24 se presenta un esquema representativo de las fuerzas magnéticas presentes en el sistema, en función de la relación entre el momento magnético de la bobina y el del imán de la cabeza sensora.

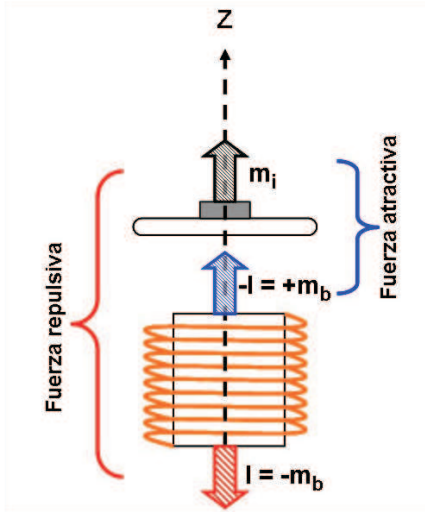


Figura 7.24. Esquema representativo de las fuerzas magnéticas entre imán de la cabeza sensora y bobina de calibración.

El imán de SmCo es un imán permanente que posee un momento magnético definido en la dirección perpendicular a su superficie. Vamos a considerar que el imán está colocado de manera que su momento magnético m_i está alineado según el sentido positivo del eje z . La bobina dará lugar a un momento magnético m_b del mismo sentido que el del imán o de sentido contrario, dependiendo del sentido que tenga la intensidad de corriente que circula a través de ella. Como se observa en la figura 7.24, si m_b tiene el mismo sentido que m_i , aparece una fuerza magnética atractiva entre bobina e imán, mientras que cuando ambos momentos tienen sentidos opuestos,

la fuerza magnética a la que dan lugar es una fuerza repulsiva. A continuación explicaremos el comportamiento de la cabeza sensora en cada caso:

- **Fuerza magnética atractiva**

En este caso, la fuerza atractiva comienza a tirar del imán de la cabeza sensora hacia la bobina, de forma que a medida que aumenta la fuerza, aumenta la tensión a la que está sometida la membrana.

- **Fuerza magnética repulsiva**

La fuerza repulsiva, al contrario que en el caso anterior, comenzará a empujar el imán en contra de su peso, de forma que el efecto que crea esta fuerza sobre la oscilación de la membrana lo podemos dividir en dos pasos:

- a) Valores de fuerza repulsiva *inferiores* al peso del imán.

En este caso, al ir aumentando el valor de la fuerza, el peso del imán se va viendo compensado, de manera que las tensiones en la membrana comienzan a verse reducidas, alcanzando su valor mínimo cuando la fuerza coincide con el peso del imán.

- b) Valores de fuerza repulsiva *superiores* al peso del imán.

En el momento en que el valor de la fuerza sobrepasa el valor del peso del imán, la membrana comienza a tensionarse de nuevo y las tensiones a las que se encuentra sometida aumentan a medida que lo hace el valor de la fuerza magnética.

Llegados a este punto de la explicación es necesario aclarar un punto respecto a la variación de la frecuencia de resonancia que sufre una membrana cuadrada por el hecho de fijar un cuerpo pesado en su superficie. Si partimos de la vibración de la membrana desnuda, su frecuencia de resonancia se verá afectada por dos factores distintos:

■ Distribución de masa del sistema

Por un lado le afecta el aumento y el cambio en la distribución de masa que sufre el sistema oscilador (membrana + imán) por el hecho de fijar el imán a la superficie de la membrana, lo que da lugar a un aumento en el momento de inercia del mismo. Un aumento en su momento de inercia afecta a la frecuencia de resonancia haciendo que su valor disminuya en el caso de sus tres primeros modos de vibración.

Para reforzar estos argumentos se presentan las gráficas de las figuras 7.25 y 7.26 que muestran los resultados de la variación de la frecuencia de resonancia del sistema en función de la geometría y de la densidad del imán, factores ambos que afectan al momento de inercia del sistema.

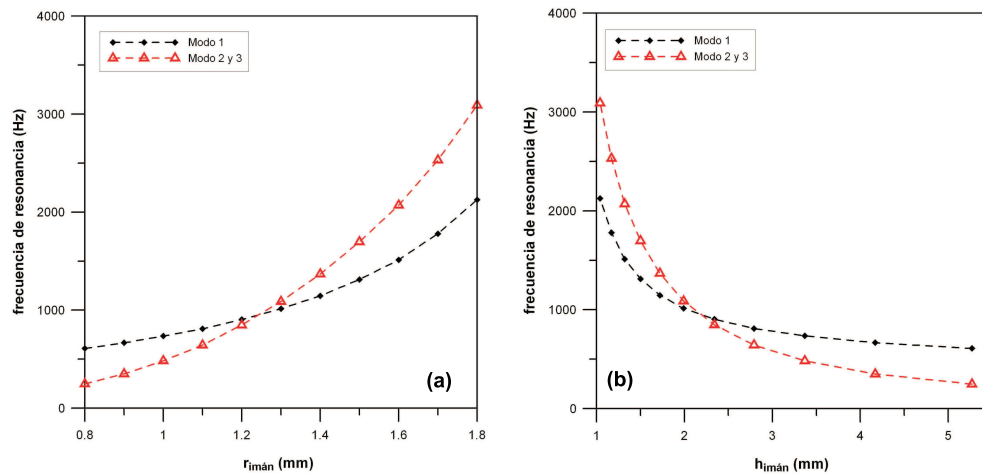


Figura 7.25. Frecuencia de resonancia en función de: (a) radio del imán y (b) altura del imán. Las variaciones del radio y de la altura son para un volumen constante de $1.06 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3$ que coincide con el del imán de SmCo que se ha utilizado en las medidas. Resultados obtenidos mediante simulaciones en ANSYS.

Como se observa en la figura 7.25, la frecuencia de resonancia correspondiente al primer modo de vibración aumenta con el radio y disminuye con la altura. Para valores de radio de hasta 1.2 mm y de altura a partir de 2.2 mm la frecuencia de resonancia correspondiente al modo fundamental (modo 1) es

mayor que la correspondiente al segundo y tercer modo de vibración (que coinciden al estar perfectamente centrado el imán en las simulaciones).

La densidad del imán también afecta a la frecuencia de resonancia, tal y como se muestra en la figura 7.26, de forma que cuanto mayor sea la densidad del imán para un volumen fijo, y por tanto cuanto mayor sea su momento de inercia, menor será la frecuencia de resonancia del sistema.

■ Tensiones

Por otro lado, a la frecuencia de resonancia le afectan las tensiones a las que se ve sometida la membrana. Estas tensiones aumentan al aumentar el peso del imán o al aumentar las fuerzas aplicadas sobre el sistema que tensionan la membrana, dando lugar a un cambio en las propiedades elásticas del sistema. Al aumentar las tensiones en el sistema la frecuencia de resonancia aumenta, mientras que al verse menos tensionada la membrana, su frecuencia de resonancia disminuye.

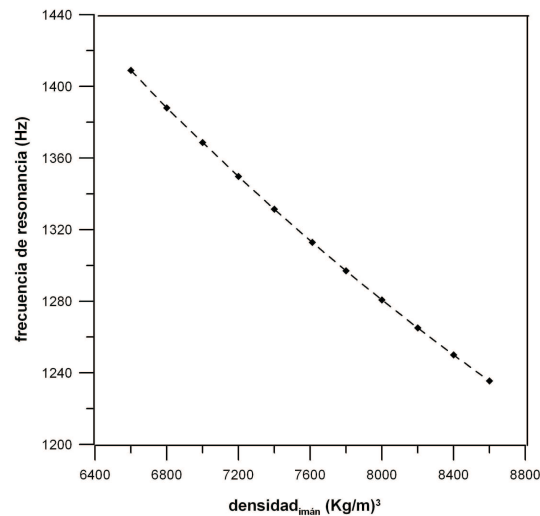


Figura 7.26. Frecuencia de resonancia en función de la densidad del imán para un volumen fijo de $1.06 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3$. Resultados obtenidos mediante simulaciones en ANSYS.

Pasamos a presentar y explicar los resultados obtenidos para cada método de detección. Los resultados obtenidos en términos de frecuencia y amplitud en función del gradiente magnético aplicado se presentan en las gráficas de la figura 7.27 (a) y (b) respectivamente.

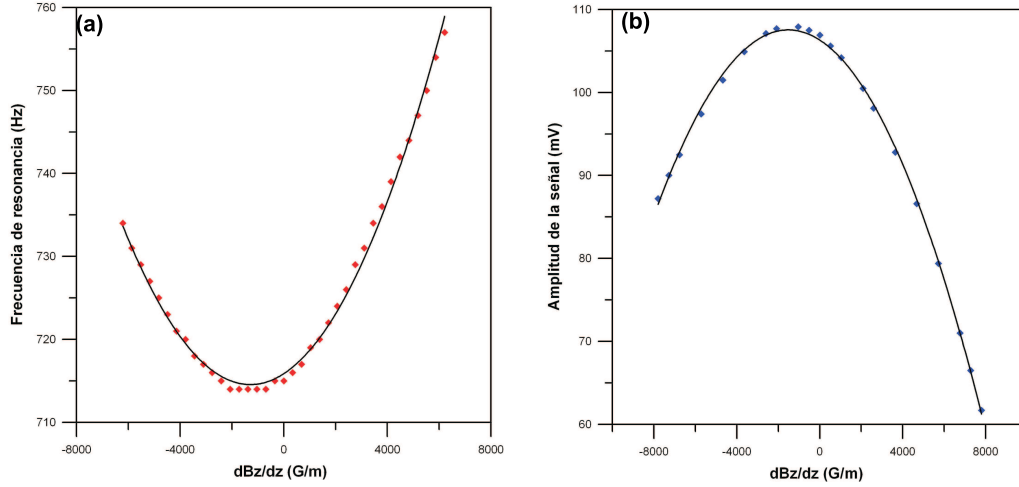


Figura 7.27. Resultados experimentales (puntos) y ajuste cuadrático (línea). (a) Variación de la frecuencia de resonancia en función del gradiente de campo magnético creado por la bobina de calibración. (b) Variación de la amplitud de la señal en función del gradiente de campo magnético creado por la bobina de calibración.

La dependencia experimental de la frecuencia de resonancia y de la amplitud de la señal con el gradiente de campo magnético puede ajustarse a una función cuadrática del tipo:

$$f_r = 715.87(Hz) + 2.03 \cdot 10^{-3} \left(\frac{Hz}{G/m} \right) \nabla B_z + 7.88 \cdot 10^{-7} \left(\frac{Hz}{G^2/m^2} \right) (\nabla B_z)^2 \quad (7.15)$$

$$S_A = 106.32(mV) - 1.62 \cdot 10^{-3} \left(\frac{mV}{G/m} \right) \nabla B_z - 5.33 \cdot 10^{-7} \left(\frac{mV}{G^2/m^2} \right) (\nabla B_z)^2 \quad (7.16)$$

donde f_r es la frecuencia de resonancia medida en Hz, S_A es la amplitud de la señal medida en mV y $\nabla B_z = \frac{\partial B_z}{\partial z}$ el gradiente de la componente z del campo magnético en la dirección del eje z medido en G/m.

El ajuste de la amplitud de la señal presenta un coeficiente de correlación R^2 de 0.9991 mientras que para el ajuste de la frecuencia de resonancia es de 0.9957. Este último valor de R^2 es peor debido a dos factores principales: la precisión es menor para las medidas en frecuencia (1 Hz) y el factor de calidad (Q) de la frecuencia de resonancia es bajo. Para comprobar esta última afirmación, volvemos de nuevo a la figura 7.20. En el eje y de esta gráfica se representa la amplitud de la señal de respuesta del sistema normalizada. La normalización de la señal en este caso se ha llevado a cabo dividiendo la amplitud de la señal de salida para cada frecuencia, entre el valor de la amplitud obtenida para el valor más pequeño de frecuencia (15 Hz en este caso). El valor de la Q coincide con el valor de la amplitud de la señal normalizada para la frecuencia de resonancia. Teniendo esto en cuenta, se puede comprobar que el valor de la Q para la primera frecuencia de resonancia es bajo, ya que su valor es de $Q = 44$.

Empezando desde cero hacia valores positivos del gradiente, la frecuencia de resonancia comienza a aumentar (figura 7.27 (a)) mientras que la amplitud de la señal disminuye (figura 7.27 (b)). Los valores positivos de gradiente corresponden a una fuerza magnética de atracción entre el imán de la cabeza sensora y la bobina de calibración. En el momento en que aparece la fuerza de atracción, la membrana comienza a tensionarse. Cuanto más tensionada se encuentre la membrana, más aumentará la frecuencia de resonancia. En cuanto a los valores de amplitud de la señal, el hecho de que disminuyan a medida que se tensiona la membrana tiene que ver con que al tensionarse la membrana, el espectro de frecuencias se desplaza hacia valores mayores de frecuencia, y puesto que en el modo DA la amplitud se mide en todo momento sin cambiar la frecuencia de resonancia inicial, la respuesta del sistema se mide en una zona de la curva con menor amplitud. Para explicar este fenómeno se presenta la figura 7.28, en la que se muestran dos barridos de frecuencia con un desplazamiento en frecuencia de 50 Hz. Se puede comprobar que la amplitud de la señal correspondiente a la frecuencia de resonancia inicial (A1), disminuye al desplazarse la curva a un valor mayor de frecuencia (A2).

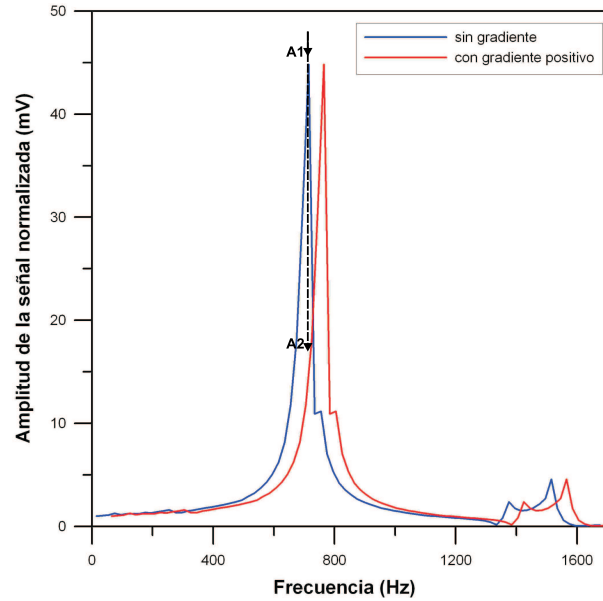


Figura 7.28. Gráfica explicativa de la variación de la amplitud de la señal al aplicar un gradiente de campo magnético positivo.

Respecto a los valores negativos de gradiente de campo magnético (fuerza magnética de repulsión entre imán y bobina), la frecuencia de resonancia comienza a decrecer hasta alcanzar un mínimo a 1285 G/m. La amplitud de la señal muestra un comportamiento muy similar de forma que aumenta hasta alcanzar un máximo a -1514 G/m. Puesto que en este caso la fuerza magnética presente es repulsiva, comienza a compensar el peso del imán, de forma que hay un rango de fuerzas en el cual se reducen las tensiones en la membrana debidas al peso del imán, y por lo tanto la frecuencia de resonancia disminuye. El hecho de que la amplitud de la señal aumente, se debe a que al ir reduciéndose las tensiones a las que se encuentra sometida la membrana, el factor de calidad de la frecuencia de resonancia Q aumenta, dando lugar a valores más elevados de amplitud de la señal para el mismo valor de frecuencia.

Una manera de calcular la sensibilidad teórica del sistema para los dos diferentes métodos de medida es por medio de la pendiente de los ajustes cuadráticos:

$$\frac{\partial f_r}{\partial(\nabla B_z)} = 2.03 \cdot 10^{-3} \left(\frac{\text{Hz}}{\text{G/m}} \right) + 1.58 \cdot 10^{-6} \left(\frac{\text{Hz}}{\text{G}^2/\text{m}^2} \right) \nabla B_z \quad (7.17)$$

$$\frac{\partial S_A}{\partial(\nabla B_z)} = -1.62 \cdot 10^{-3} \left(\frac{\text{mV}}{\text{G/m}} \right) - 1.07 \cdot 10^{-6} \left(\frac{\text{mV}}{\text{G}^2/\text{m}^2} \right) \nabla B_z \quad (7.18)$$

De las ecuaciones 7.17 y 7.18 se comprueba que la sensibilidad del sistema depende del rango de valores de gradiente de campo magnético en el que se lleven a cabo las medidas. La resolución del prototipo alrededor de gradiente cero es de 500 G/m para el modo DF y 61 G/m para el modo DA . Merece la pena resaltar que, como ya se ha explicado anteriormente, la resolución de medida del sistema es de 1 Hz y 0.1 mV para la frecuencia y la amplitud respectivamente.

Para valores positivos del gradiente de campo magnético, la sensibilidad aumenta desde $2.03 \cdot 10^{-3}$ Hz por G/m para el caso de medidas en frecuencia, y desde $1.62 \cdot 10^{-3}$ mV por G/m para el de la amplitud de la señal (valores a gradiente cero) a medida que lo hace el gradiente, de acuerdo con las ecuaciones 7.17 y 7.18. En el caso de los valores negativos de gradiente de campo magnético, la sensibilidad primero decrece hasta que se hace cero justo para el valor de fuerza que coincide con el peso del imán. Una vez que la fuerza sobrepasa el valor del peso del imán, la sensibilidad comienza a aumentar de la misma manera que lo hace para valores de gradiente de campo positivos. En principio, la sensibilidad del sistema es peor para valores bajos de gradiente de campo magnético. Sin embargo, cerca del valor cero de gradiente el peso del imán mejora la sensibilidad del sistema ya que actúa como un *offset* de la señal desplazando la zona de mayor sensibilidad hacia valores de gradiente más bajos. Teniendo esto en cuenta, así como el hecho de que, cuanto más pesado sea el imán es porque sus dimensiones son mayores y por lo tanto tendrá un mayor valor de momento magnético para la misma composición, el imán debe tener tanto volumen y tanta masa como permita el sistema.

Partiendo de los valores de la densidad y del volumen del imán, se puede determinar su peso, resultando ser de $7.91 \cdot 10^{-4}$ N. Puesto que el mínimo de frecuencia

y el máximo de amplitud de señal se pueden obtener de los ajustes cuadráticos, la fuerza experimental aplicada para compensar totalmente el peso del imán se puede determinar fácilmente en cada caso. Así, los gradientes de campo magnético necesarios para compensar el peso del imán corresponden a -1285 G/m en el caso del modo DF y a -1514 G/m en el caso del modo DA , lo que se traduce en valores de fuerza magnética de $8.67 \cdot 10^{-4} \text{ N}$ y $7.02 \cdot 10^{-4} \text{ N}$ respectivamente. Estos valores de fuerza se acercan mucho al valor del peso del imán pero no coinciden exactamente con el valor real. Esto es debido a la forma en que se coloca la bobina experimentalmente respecto al sistema. El sistema de posicionamiento de la bobina de calibración consta de un soporte sujeto a un tornillo micrométrico, lo que significa que el error experimental debido al tornillo micrométrico debe ser tenido en cuenta así como el error experimental debido a la observación directa de la posición de la bobina. Volviendo a las distintas posiciones en las que se llevaron a cabo las medidas, se puede realizar una comprobación más. Puesto que el peso del imán es un dato conocido, se puede determinar la posición exacta en el eje z que da lugar a una fuerza igual a la del peso del imán. La diferencia entre la posición z calculada y la experimental resulta ser de $330 \mu\text{m}$ para la frecuencia y $410 \mu\text{m}$ para la amplitud de la señal. Teniendo en cuenta los errores experimentales explicados anteriormente, este error en la posición es fácilmente asumible, siendo un factor a optimizar en calibraciones posteriores.

De todos estos resultados se puede concluir que, tanto la frecuencia de resonancia como la amplitud de la señal del sistema para una frecuencia fija presentan una dependencia cuadrática con el gradiente de campo magnético aplicado. En términos de detección es más fiable medir en modo DF que medir en modo DA , ya que la Q del sistema varía al aplicar un gradiente de campo magnético. Nos centraremos entonces en los resultados obtenidos utilizando el modo DF . Respecto a este modo de detección, aunque el hecho de que la frecuencia de resonancia aumente o disminuya en función del valor del gradiente se ha llegado a entender de manera satisfactoria, queda pendiente la comprensión del comportamiento cuadrático, ya que lo esperable sería una relación entre frecuencia de resonancia y la fuerza aplicada en la membrana (proporcional al gradiente magnético) de la forma $f \propto \sqrt{F}$, que se ha observado lineal

para valores bajos de tensión en algunos trabajos [116–118]. Esta dependencia de la frecuencia con la fuerza está relacionada con la dependencia matemática que se puede encontrar en la bibliografía para la frecuencia de vibración de una membrana rectangular ideal, en función de la tensión a la que se ve sometida, debida a una fuerza longitudinal uniforme por unidad de área aplicada en cada uno de sus cuatro lados, [119–121].

A partir de este momento se hablará frecuentemente de *fuerza longitudinal* y de *fuerza perpendicular*. Se llamará *fuerza longitudinal* a la fuerza aplicada en el plano de la superficie de la membrana, y *fuerza perpendicular* a la fuerza aplicada fuera del plano de la superficie de la muestra (eje z de nuestro sistema) y formando con ella un ángulo de 90° .

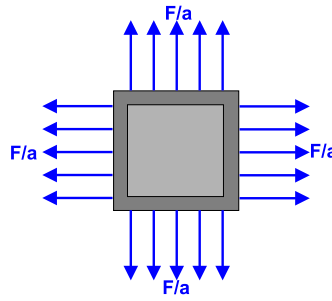


Figura 7.29. Esquema de una membrana cuadrada sometida a una tensión (fuerza por unidad de área) uniforme y aplicada longitudinalmente.

La vibración de la membrana rectangular sometida a una tensión debida a una fuerza longitudinal uniforme por unidad de área como la que se muestra en la figura 7.29 queda descrita por la ecuación de ondas:

$$T\nabla^2 z = \rho \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} \quad (7.19)$$

donde T es la tensión, ρ la densidad de la membrana, z es la amplitud de vibración y t el tiempo. La solución a esta ecuación diferencial viene dada por la siguiente expresión:

$$z(x, y, t) = C_{nm} \operatorname{sen} \left(\frac{n\pi}{a} x \right) \operatorname{sen} \left(\frac{m\pi}{b} y \right) \cos \omega_{nm} t \quad (7.20)$$

De esta solución se obtienen los valores de frecuencia correspondientes a los diferentes modos de vibración de una membrana rectangular:

$$\omega_{nm} = \sqrt{\frac{T}{\rho} \left[\left(\frac{n\pi}{a} \right)^2 + \left(\frac{m\pi}{b} \right)^2 \right]} \quad (7.21)$$

donde a y b son las dimensiones de la membrana, y n y m números naturales. Se comprueba por tanto que la dependencia de la frecuencia de resonancia de la membrana con la tensión que ésta experimenta es de la forma anteriormente citada $f \propto \sqrt{T}$.

Con el objeto de comprender la relación frecuencia-fuerza en nuestro sistema, se llevaron a cabo una serie de simulaciones en ANSYS de una membrana de silicio de 5 mm x 5 mm y 16 μm de espesor, con y sin imán de SmCo fijo a su superficie y sometida a diferentes fuerzas. Los valores de la densidad (ρ), módulo de Young (E), y coeficiente de Poisson (ν) utilizados tanto para la membrana de silicio como para los imanes de SmCo se muestran en la tabla 7.2.

	E_x (Pa)	E_y (Pa)	E_z (Pa)	ν_{xy}	ν_{xz}	ν_{yz}	ρ Kg/m ³
Silicio	1.69 10 ¹¹	1.69 10 ¹¹	1.30 10 ¹¹	0.00623	0.2784	0.2784	2.33 10 ³
SmCo	1.50 10 ¹¹	1.50 10 ¹¹	1.50 10 ¹¹	0.3	0.3	0.3	7.61 10 ³

Tabla 7.2. Valores de la densidad, módulo de Young y coeficiente de Poisson para la membrana de silicio y los imanes de SmCo utilizados en las simulaciones.

Para comprobar los resultados obtenidos, se comenzó simulando una membrana cuadrada sometida a una fuerza longitudinal uniforme como la que se presenta en la figura 7.29. Los resultados de esta simulación se presentan en las figuras 7.30 (a) y (b).

Tal y como era de esperar, la curva de la figura 7.30 (a) se ajusta a una función del tipo $f \propto \sqrt{T}$, de la forma: $(f-f_0) = 7515 \sqrt{F}$, donde f_0 es la frecuencia de resonancia

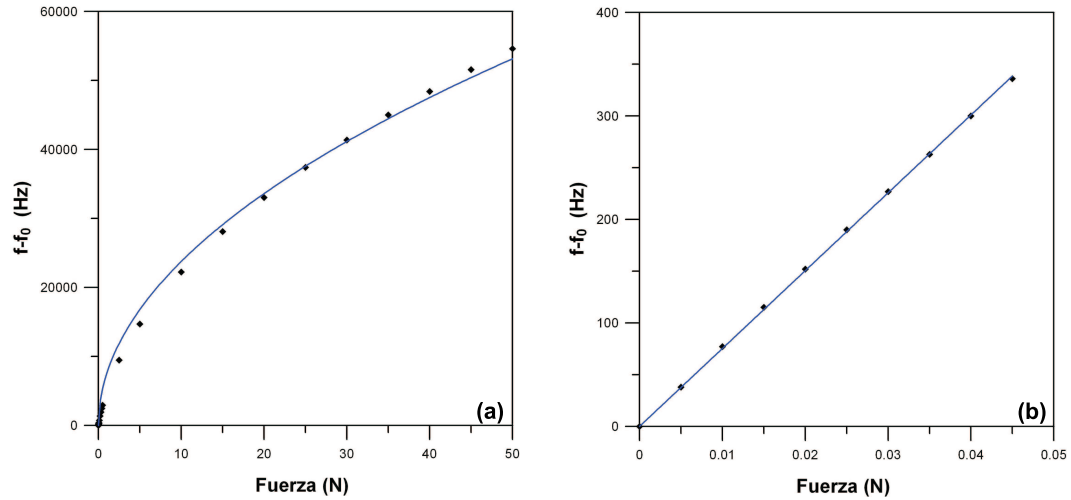


Figura 7.30. (a) Simulación en ANSYS de la variación de la frecuencia de resonancia de una membrana cuadrada de 5 mm de lado, en función de la fuerza longitudinal uniforme a la que se ve sometida. (b) Valores pequeños de fuerza. Los puntos representan los datos obtenidos mediante las simulaciones y la línea los ajustes matemáticos.

inicial obtenida para fuerza cero, mientras que, para valores de tensión (fuerza por unidad de área: $T=F/A$) suficientemente bajos como los mostrados en la curva de la figura 7.30 (b), la relación es de tipo lineal, cuyo ajuste corresponde a la ecuación $(f-f_0) = 7524 F$, con $R^2 = 0.9998$. Mediante las simulaciones se reproducen de manera fiable por tanto los fenómenos físicos esperados para la vibración de una membrana rectangular tensionada mediante una fuerza longitudinal uniforme. Aunque estemos hablando en términos de tensión, ya que es así como se presentan los resultados en la bibliografía, hay que recordar que la tensión está directamente relacionada con la fuerza, y ésta a su vez con el gradiente de campo magnético. Los resultados se presentan en términos de fuerza, siendo ésta directamente proporcional a la intensidad del gradiente de campo magnético.

Recordando las medidas experimentales, el rango de gradiente de campo magnético medido es $[-10000, 10000]$ G/m. Teniendo en cuenta que el momento magnético del imán de la cabeza sensora es de $6.75 \cdot 10^{-3} \text{ Am}^2$, esto se traduce en un rango de fuerzas medido de $[-6.7, 6.7]$ mN. La zona de respuesta lineal obtenida

mediante la simulación para la membrana sometida a una fuerza longitudinal se encuentra en el rango de $[0,45]$ mN. Por tanto, si el comportamiento de nuestro sistema se asemejase al de una membrana ideal tensionada mediante una fuerza longitudinal, la dependencia de la frecuencia de resonancia con la fuerza magnética (gradiente de campo magnético) debería ser una dependencia lineal. Sin embargo la dependencia que aparece es cuadrática. Puesto que la fuerza magnética que actúa sobre el sistema es una fuerza perpendicular a la superficie de la membrana (eje z), se realizaron otra serie de simulaciones con el objetivo de obtener la variación de la frecuencia de resonancia de diferentes estructuras de membrana sometidas a una fuerza perpendicular. Las estructuras utilizadas se muestran en la tabla 7.3. La primera estructura consiste en una fuerza puntual constante y perpendicular aplicada justo en el centro de la membrana durante la vibración, mientras que las dos estructuras restantes dependen del volumen del imán utilizado. El resultado de la simulación de la vibración de la membrana sometida a una fuerza puntual se muestra en la figura 7.31.

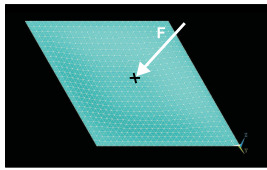
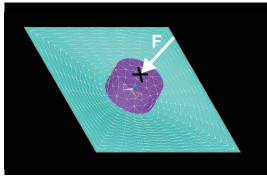
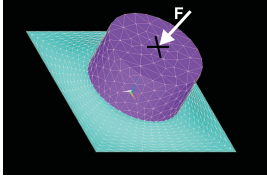
fuerza puntual	Imán $r = 0.75\text{mm}$, $h = 0.75\text{mm}$	Imán $r = 1.5\text{mm}$, $h = 1.5\text{mm}$
		

Tabla 7.3. Diferentes estructuras de membrana simuladas en ANSYS.

La gráfica de la figura 7.31 (a) muestra la variación de la frecuencia de resonancia de la membrana en función de una fuerza puntual aplicada en el centro de la misma. Como se puede observar la curva presenta dos zonas distintas que aparecen representadas por separado en las figuras 7.31 (b) y 7.31 (c). Para valores de fuerza hasta 2 mN (figura 7.31 (b)), aparece una dependencia cuadrática de la forma: $(f-f_0) = 1.2 \cdot 10^8 F^2$ con un coeficiente de correlación de $R^2 = 0.999$, similar a la observada experimentalmente. Para fuerzas mayores el ajuste cuadrático ya no es bueno.

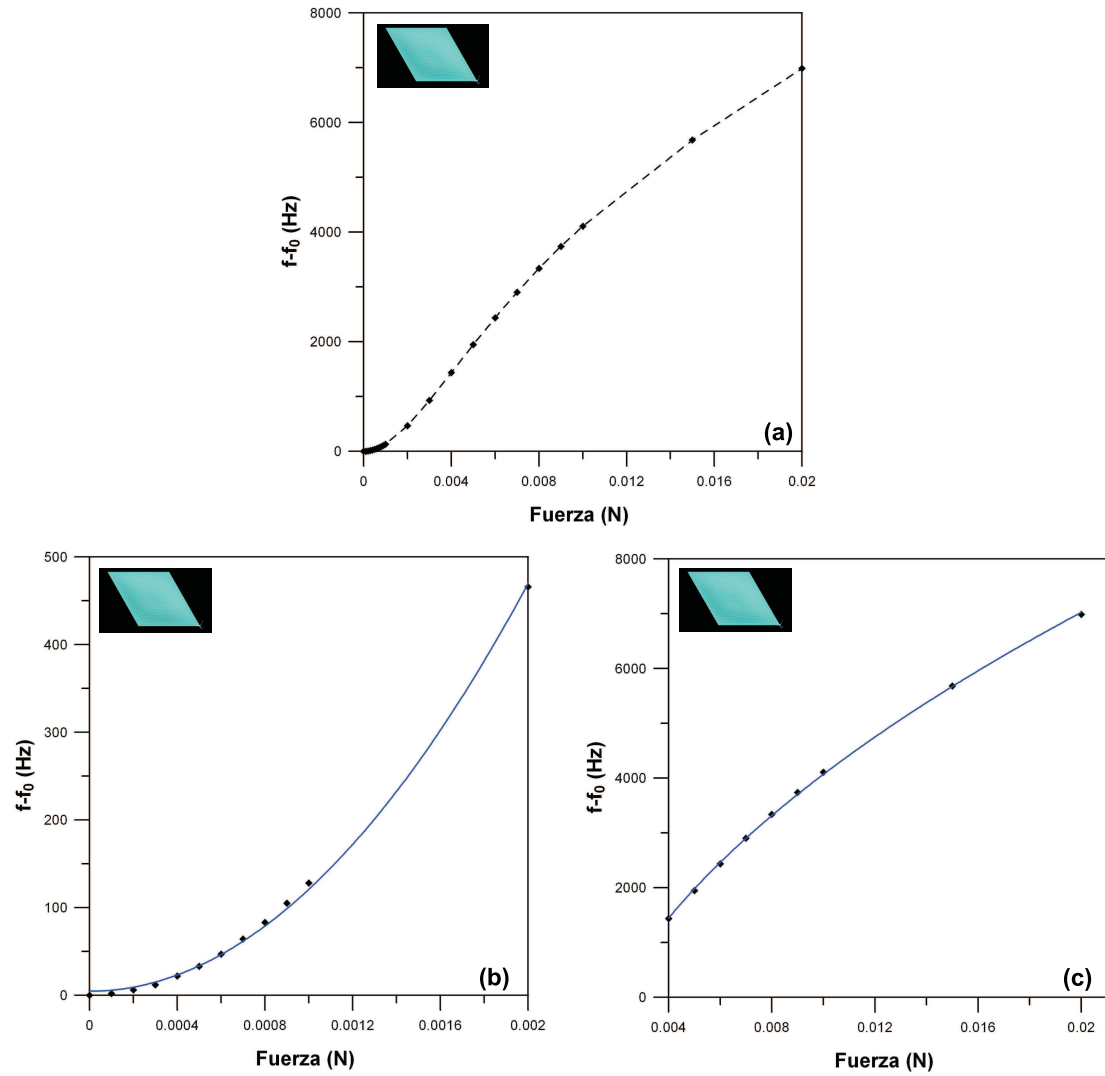


Figura 7.31. (a) Simulación en ANSYS de la variación de la frecuencia de resonancia de una membrana cuadrada de 5 mm de lado, en función de una fuerza puntual aplicada en el centro de la misma. (b) Zona cuadrática de la curva $f \propto F^2$. (c) Zona con dependencia $f \propto \sqrt{F}$. Los puntos representan los datos obtenidos mediante las simulaciones, la línea recta los ajustes matemáticos y la línea discontinua es una simple guía para la vista.

Si nos centramos en la zona de la curva de valores mayores de fuerza (figura 7.31 (c)) se observa una dependencia del tipo: $(f-f_0) = -3000 + 7.13 \cdot 10^4 \sqrt{F}$. De estos resultados se deduce que una fuerza aplicada de forma perpendicular da lugar inicialmente a una zona de respuesta cuadrática pasando a comportarse como una membrana tensionada mediante una fuerza longitudinal, a partir de un determinado valor de la fuerza aplicada.

Puesto que los resultados experimentales daban como resultado un comportamiento puramente cuadrático, se llevaron a cabo simulaciones con valores mayores de fuerza para comprobar si la curva que se obtiene es parecida a la de la fuerza puntual o si por el contrario continúa siendo cuadrática en todo el rango de fuerzas. La curva resultante de estas simulaciones se presenta en la figura 7.32.

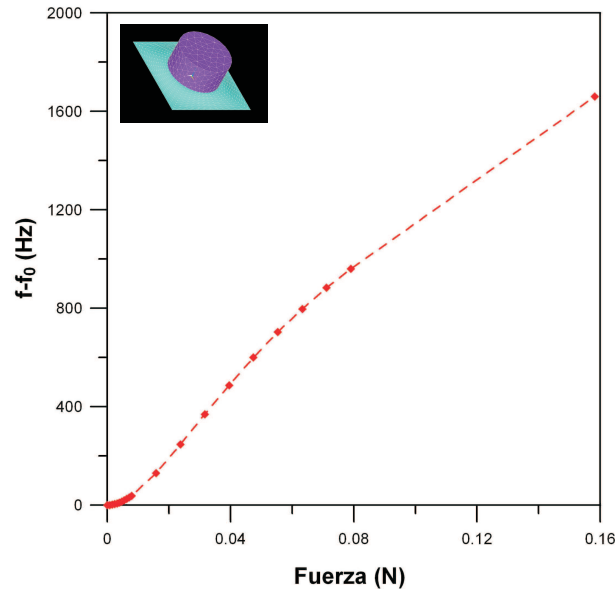


Figura 7.32. Curva de la variación de la frecuencia de resonancia en función de la fuerza de una membrana con un imán de 1.5 mm de radio y altura. Los puntos representan los datos obtenidos mediante las simulaciones y la línea discontinua es una simple guía para la vista.

En el caso en que la membrana vibre con un imán fijo a su superficie, todos los puntos de la membrana en contacto con la superficie del imán serán coplanarios durante la vibración, ya que es sobre estos puntos sobre los que actúa la fuerza magnética. La membrana con el imán de radio 1.5 mm fijo a su superficie presenta el mismo comportamiento que la membrana sometida a una fuerza puntual. Sin embargo, en el caso de la membrana con el imán, el rango de fuerzas en el que aparece el comportamiento cuadrático es mayor ($[0,8]$ mN). Al igual que en el caso de la fuerza puntual, para valores mayores de fuerza, la dependencia que presenta la frecuencia pasa a ser la correspondiente a una membrana ideal tensionada mediante una fuerza longitudinal ($f \propto \sqrt{F}$).

Una vez llevadas a cabo estas comprobaciones, se decidió completar el estudio simulando la respuesta de una membrana con un imán de radio y altura 0.75 mm. En este caso de nuevo se encuentra una zona cuadrática hasta un determinado valor de la fuerza a partir del cual la dependencia de la frecuencia pasa a ser de tipo \sqrt{F} .

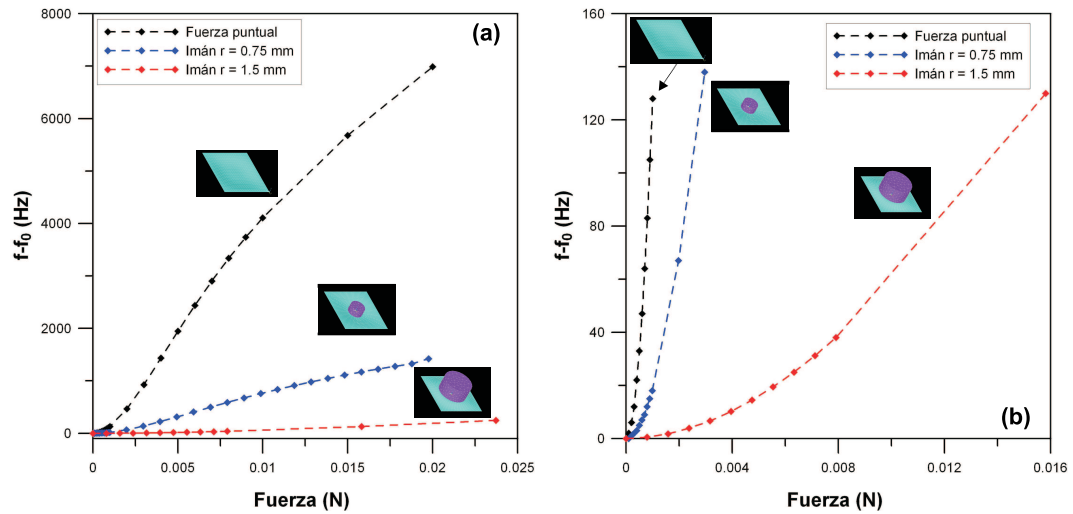


Figura 7.33. (a) Comparación de las curvas obtenidas mediante simulaciones en ANSYS para una fuerza puntual, un imán de $r = 0.75$ mm y un imán de $r = 1.5$ mm. (b) La misma curva en un rango más bajo de fuerzas.

Si representamos las tres curvas obtenidas mediante las simulaciones para los casos de la membrana sometida a una fuerza puntual, la membrana con un imán de radio 0.75 mm y la membrana con un imán de radio 1.5 mm (figura 7.33). Suponiendo que los imanes tienen el mismo momento magnético para las diferentes geometrías, podemos deducir cómo influye la superficie de la membrana que se encuentre sometida a la fuerza magnética, o lo que es lo mismo, al gradiente de campo magnético, a la respuesta del sistema.

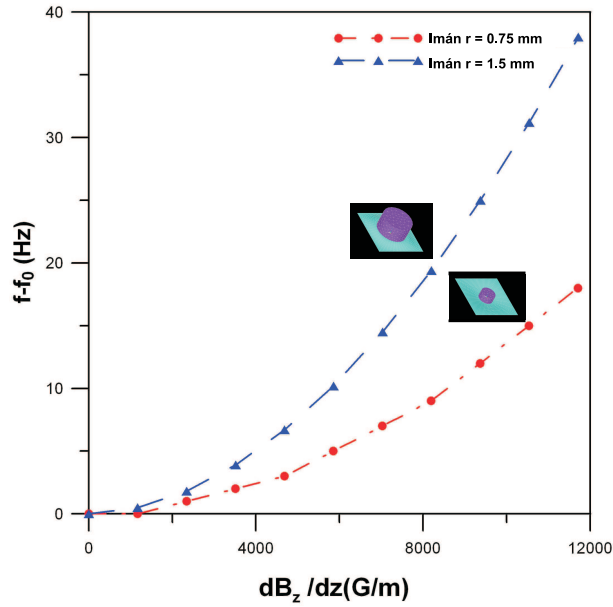


Figura 7.34. Dependencia de la frecuencia de resonancia obtenida mediante simulaciones en función del gradiente de campo magnético para una membrana de silicio con imanes de SmCo de diferente volumen.

Hay que tener en cuenta que los imanes utilizados en las simulaciones tienen un volumen distinto. En la figura 7.34 se muestran los resultados de la dependencia de la frecuencia expresados en función del gradiente de campo magnético en lugar de en función de la fuerza aplicada sobre la membrana. Para convertir los valores de fuerza en valores de gradiente se ha asumido un valor de la imanación para los imanes de SmCo de $\mu_0 M = 0.8$ T (valor suministrado por IMA: *Ingeniería*

Magnética Aplicada). A partir de este valor de la imanación y conociendo el volumen de cada imán, se obtiene el valor del momento magnético y por lo tanto el valor del gradiente.

De la figura 7.34 se deduce que el imán que da lugar a una mayor sensibilidad del sistema es el de radio y altura 1.5 mm, a pesar de que la superficie libre de la membrana durante la vibración en este caso sea menor. La razón es que el imán con mayores dimensiones es también el que tiene mayor momento magnético.

	Fuerza puntual	Imán $r = 0.75$ mm	Imán $r = 1.5$ mm
R_{cf} (mN)	[0,2]	[0,3]	[0,8]
α (Hz/N ²)	$1.3 \cdot 10^8$	$1.6 \cdot 10^6$	$6.1 \cdot 10^5$

Tabla 7.4. Tabla del rango cuadrático (R_{cf}) y coeficiente de la dependencia cuadrática (α) de las curvas obtenidas mediante simulaciones en ANSYS.

Si se supone que, independientemente de la geometría, el valor del momento magnético para los distintos imanes es el mismo, se puede comprobar el efecto debido únicamente a la superficie libre de la membrana que vibra de forma no-coplanaria. Los resultados que se presentan en la tabla 7.4 y en la figura 7.33 muestran que cuanto mayor es el radio del imán utilizado, mayor es el rango de la zona cuadrática de respuesta de la señal, y menor el coeficiente del término cuadrático α . La fuerza puntual y el imán de radio 0.75 mm dan lugar a rangos cuadráticos muy similares, siendo ligeramente mayor en el caso del imán. Sin embargo, cuando la superficie del imán se asemeja a la superficie de la membrana, disminuyendo considerablemente la superficie libre de vibración (1 mm de distancia entre el marco de la membrana y el borde del imán), y reduciéndola a la zona cercana a los bordes de la membrana, el rango en el que aparece la dependencia cuadrática aumenta. Un imán con un radio mayor significa menos superficie libre de vibración de la membrana y más superficie bajo el efecto de la fuerza perpendicular. Por lo tanto, cuanta más superficie libre de vibración de la membrana, menor es el rango cuadrático de la curva de la señal de respuesta y mayor el ritmo de cambio de la frecuencia en la zona cuadrática.

Si tenemos en cuenta la dependencia cuadrática $(f-f_0)=\alpha F^2$, la sensibilidad vendrá dada por:

$$\frac{\Delta(f - f_0)}{\Delta F} = 2\alpha(F_g + F_{ext}) \quad (7.22)$$

siendo α el coeficiente de la dependencia cuadrática, donde se ha tenido en cuenta que la fuerza total que actúa sobre el sistema es la suma de la fuerza gravitatoria debida al peso del imán y la fuerza magnética.

Se comprueba de nuevo que el peso del imán mejora la sensibilidad actuando como un offset que desplaza la zona de mayor pendiente de la curva hacia valores más bajos de gradiente y además, se pone de manifiesto el hecho de que la sensibilidad que presenta el sistema se ve directamente afectada por la superficie libre de vibración presente en la membrana. Al reducir el radio del imán y aumentar la superficie libre de vibración la sensibilidad se ve incrementada. Por lo tanto, para el mismo valor de momento magnético, el radio del imán debe ser lo más pequeño posible llegando a un compromiso con el volumen del imán. El volumen del imán debe ser lo mayor posible tanto por el peso, que actúa como un offset, como por el valor de momento magnético que presente. Además, hay que evitar una altura excesiva del imán tanto para que la membrana no sufra tensiones adicionales debidas al posible pandeo del imán durante la vibración, como para que el imán se encuentre dentro de la zona de gradiente de campo magnético homogéneo creado por la configuración de bobinas. Manteniendo el volumen fijo en $1.06 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3$, para mantener tanto el peso como el valor de momento magnético, la altura máxima del imán es de 3 mm (para alturas mayores no es fiable la homogeneidad del gradiente de campo magnético en la zona donde se posicione el imán además de que una altura excesiva del imán puede dar lugar a un pandeo del imán durante la vibración) y entonces el radio mínimo es de 1 mm.

Puesto que la deformación que sufre la membrana al ser sometida a una fuerza puede estar relacionada con la respuesta del sistema, se llevaron a cabo simulaciones de dicha deformación en función de fuerza aplicada sobre la membrana en las tres geometrías utilizadas. La deformación de la superficie de la membrana de silicio

resulta ser lineal hasta un determinado valor de la fuerza. A partir de este valor de la fuerza comienzan a aparecer fenómenos de *no-linealidad geométrica* que son los fenómenos en los que la deformación de la membrana deja de ser lineal con la tensión que sufre debida a las fuerzas aplicadas en su superficie. En la tabla 7.5 se muestran los rangos lineales de deformación de la membrana en cada caso y los rangos cuadráticos de la respuesta del sistema en frecuencia que ya se mostraron en la tabla 7.4 para facilitar la comparación. Como se puede comprobar, los rangos de deformación lineal coinciden exactamente con los rangos de dependencia cuadrática de la frecuencia, de forma que cuando aparecen los fenómenos de no-linealidad geométrica para valores de fuerza más elevados es cuando la dependencia de la frecuencia pasa a ser del tipo raíz cuadrada.

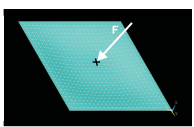
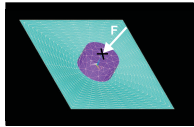
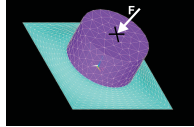
			
R_{dl}	[0,2] mN	[0,3] mN	[0,8] mN
R_{cf}	[0,2] mN	[0,3] mN	[0,8] mN

Tabla 7.5. Rango lineal de la deformación (R_{ld}) y rango cuadrático de la frecuencia (R_{cf}) en función de la fuerza aplicada sobre la superficie de la membrana .

Como ya se ha explicado, la dependencia de la frecuencia cuando se aplica una fuerza magnética perpendicular a la superficie de la membrana presenta dos regiones de detección. La primera zona, correspondiente a valores de fuerza menores, es la zona cuadrática y es la que da lugar a una sensibilidad mayor en el sistema. Sin embargo, en la curva aparece una segunda zona que, aunque es una zona de dependencia tipo raíz cuadrada y por tanto, una zona de menor sensibilidad, permite medir rangos de fuerza mayores.

Finalmente, para completar el estudio y comprobar la consistencia de los resultados obtenidos de forma experimental, se compararon los resultados experimentales con los calculados mediante las simulaciones en ANSYS para una membrana de silicio de 5 mm x 5 mm y 16 μ m de espesor con un imán fijo a su superficie de altura

y radio 1.5 mm. La figura 7.35 muestra la comparación de ambos resultados. La curva obtenida mediante simulaciones no sólo predice una dependencia cuadrática entre el gradiente de campo magnético aplicado y la frecuencia de resonancia, sino que además, ajusta satisfactoriamente con la curva experimental. La dependencia cuadrática obtenida experimentalmente queda por lo tanto, confirmada y entendida gracias a las simulaciones realizadas en ANSYS.

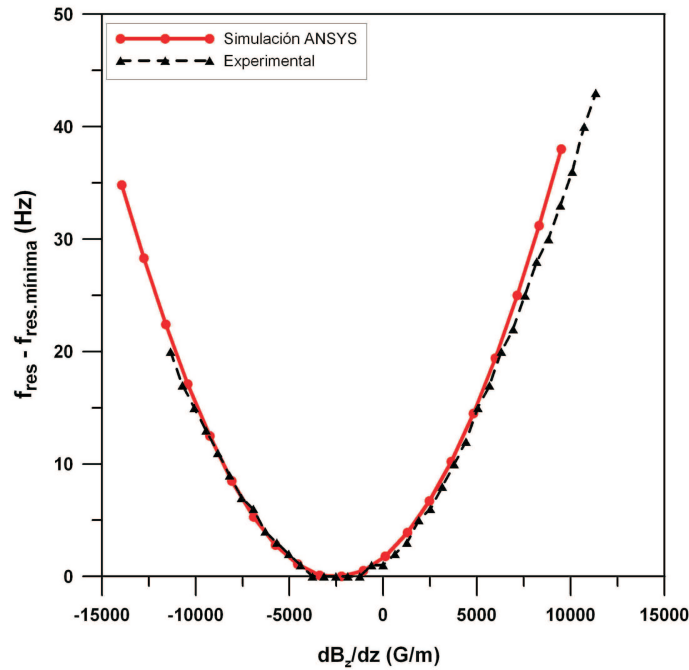


Figura 7.35. Frecuencia de resonancia en función del gradiente de campo magnético aplicado. Resultados experimentales (negro) y calculados mediante la simulación en ANSYS (rojo). Imán de radio 1.5 mm.

Una vez caracterizado el sistema, para comprobar la viabilidad de su uso como magnetómetro para detectar materiales magnéticos que están presentes tanto en nuestro planeta como en MARTE, realizaremos un cálculo sencillo. Si se supone que el gradiente de campo magnético es creado por una muestra de *magnetita* (la *magnetita* es un material ferrimagnético muy abundante en Marte y que se encuentra presente también en gran medida en nuestro planeta), situada a la misma distancia

de la cabeza sensora que la bobina de calibración, la masa mínima detectable por el sistema sería de 0.15 g. Este cálculo se ha realizado teniendo en cuenta la densidad de la *magnetita*, $\rho = 5.15 \text{ g/cm}^3$ y su imanación de remanencia $M_r = 627 \text{ A/m}$. La imanación se obtuvo midiendo el ciclo de histéresis de un volumen conocido de *magnetita* mediante un VSM. El hecho de que el sistema MANTIS nos permita medir una masa mínima de este material abundante en MARTE de 0.15 g, es un resultado prometedor.

* Todas las simulaciones en ANSYS han sido llevadas a cabo con la colaboración de Rafael Pérez del Real y Jose Antonio Plaza.

7.5. Conclusiones

El resultado principal de este capítulo es el desarrollo de un gradiómetro de campo magnético. La novedad que aporta este dispositivo en cuanto a la detección es que, a diferencia de los gradiómetros comerciales que existen actualmente, mide el gradiente de campo magnético en un punto concreto del espacio, que es donde se encuentra situado el material magnético de la cabeza sensora. Este hecho supone un avance en la tecnología de medidas magnéticas ya que es el primer dispositivo desarrollado con estas características.

El gradiómetro MANTIS basa el sistema de detección en los cambios de frecuencia de resonancia o de amplitud, de una cabeza sensora que se encuentra vibrando en el seno de un gradiente de campo magnético creado por una configuración de bobinas. Se han estudiado ambos modos de detección llegando a la conclusión de que el modo de detección en amplitud (DA) es un modo menos fiable de medida al verse afectado el factor de calidad Q de la curva de resonancia. En el modo de detección en frecuencia (DF) se ha encontrado que la dependencia de las variaciones de la frecuencia de resonancia en función del gradiente de campo magnético aplicado es cuadrática, resultado confirmado mediante simulaciones en ANSYS. Cuanto menor es la superficie libre de vibración de la membrana, mayor es el rango en el que aparece esta dependencia cuadrática. El rango de fuerzas en las que la dependencia de la frecuencia de resonancia es cuadrática coincide con el rango de fuerzas de

deformación lineal de la membrana. A partir de un determinado valor de la fuerza para el cual la deformación ya no es lineal y aparecen los fenómenos de no-linealidad geométrica, la dependencia pasa a ser de la forma $f \propto \sqrt{F}$, comportándose como una membrana tensionada mediante una fuerza longitudinal uniforme.

La sensibilidad del prototipo en modo DF depende del rango de valores de gradiente magnético que se pretenda medir. Para valores positivos del gradiente, la sensibilidad aumenta desde $2.03 \cdot 10^{-3}$ Hz por G/m (valor a gradiente cero) a medida que lo hace el gradiente, siendo la resolución del prototipo de 500 G/m alrededor de gradiente cero. El peso del imán, lejos de ser perjudicial para el funcionamiento del dispositivo, mejora la sensibilidad del sistema ya que actúa como un offset de la señal desplazando la zona de mayor sensibilidad hacia valores de gradiente más bajos. La sensibilidad del sistema se ve afectada también por la superficie libre de vibración de la membrana de la cabeza sensora, aumentando de manera proporcional a la misma y en consecuencia siendo mayor cuanto menor es el radio del imán utilizado. El radio del imán óptimo se encuentra entre 1-1.5 mm. Para nuestro gradiómetro, basado en la vibración de una membrana resonante con un imán centrado en su superficie y fijo a ella, lo óptimo es utilizar un imán con el mayor peso posible pero que a la vez permita la máxima superficie libre de vibración posible de la membrana sin reducir excesivamente el valor de su momento magnético. El sistema permite detectar una masa mínima de *magnetita* de 0.15g.

Otros resultados importantes de este capítulo son los correspondientes a la comprensión del funcionamiento de todos los elementos que conforman el dispositivo y a la influencia en la respuesta del dispositivo de factores tales como la densidad y geometría del imán, así como su descentrado en la superficie de la membrana. Cuando el imán se encuentra descentrado en la membrana, el pico correspondiente al segundo y tercer modo de vibración se desdobra en dos picos de frecuencias próximas. La densidad y geometría del imán afectan a la curva característica del sistema obteniéndose valores de frecuencia de resonancia distintos dependiendo de dichos factores.

Capítulo 8

Crecimiento y caracterización de películas delgadas de SmCo

El objetivo del trabajo presentado en este capítulo es obtener películas delgadas de SmCo que puedan ser utilizadas como material magnético para la cabeza sensora del dispositivo MANTIS. Para ello se utilizan dos técnicas de crecimiento distintas: PLD y *sputtering*. Las películas de SmCo se crecen en ambos casos sobre sustratos de Si (100). Por los requisitos de MANTIS, el valor de momento magnético de estas películas de SmCo debe ser superior a 10^{-6} Am² y el valor de campo coercitivo ha de ser superior a 0.1 T. Con estos requisitos, el objetivo es obtener muestras de SmCo con un 13-15 % de Sm, ya que como se ha explicado en la introducción a este segundo bloque, este porcentaje de Sm en la aleación es el que da lugar a un mayor valor de imanación de remanencia [102,103]. Es importante destacar que el objetivo de este estudio es fundamentalmente tecnológico, pretendiendo resolver un problema concreto dentro del desarrollo del sistema MANTIS. Este capítulo consta de dos apartados, uno destinado al crecimiento de SmCo por PLD y otro que se centrará en el crecimiento de las mismas películas pero mediante la técnica de *sputtering*.

8.1. SmCo crecido por PLD

El trabajo que se presenta a continuación ha sido realizado en colaboración con el IFW-Dresden.

Teniendo en cuenta que el dispositivo para el que se pretende obtener este material exige que el momento magnético del mismo sea lo suficientemente alto para que el gradiente creado por la configuración de bobinas haga vibrar la cabeza sensora, y que como se ha explicado en el capítulo anterior el peso del material sobre la membrana mejora la detección, el espesor de la película de SmCo ha de ser el mayor posible. El crecimiento de muestras con espesor superior a 100-150 nm mediante PLD no es sencillo, ya que al alcanzar estos valores de espesor es necesario abrir la cámara para limpiar los blancos lo que a su vez supone una nueva calibración del sistema. Por tanto, en este trabajo se crecen muestras con un espesor de 100 nm con el fin de determinar la muestra con mejores propiedades de manera más rápida y sencilla para, posteriormente, crecer dicha muestra con el máximo espesor posible.

8.1.1. Fabricación de muestras

El crecimiento de las muestras se lleva a cabo en condiciones de ultra alto vacío (UHV), con una presión base del orden de 10^{-9} mbar. Cada muestra se crece con una capa inicial de Cr (25 nm) para mejorar la adherencia de la capa de SmCo, una película de SmCo 100 nm de SmCo y otra película de 10 nm de Cr cubriendo la aleación crecida para proteger la película de SmCo y evitar su oxidación.

El crecimiento se realiza a temperatura ambiente por lo que inicialmente las películas son amorfas, sometiendo posteriormente a distintos tratamientos térmicos para obtener la fase cristalina. Con este proceso se pretende obtener valores de imanación de remanencia y campo coercitivo para la dirección perpendicular al plano similares a los que presentan estas muestras en el plano.

Una vez crecidas, las películas se cortan en 4 muestras y cada una de ellas se somete a un tratamiento térmico distinto. Todos los tratamientos térmicos tienen una duración de 15 minutos con rampa de subida y de bajada de 200 °C/min. Los valores de temperatura a los que se llevan a cabo los distintos tratamientos térmicos

Tratamiento térmico	Temperatura (°C)
TT1	500
TT2	550
TT3	600
TT4	650

Tabla 8.1. Tabla de los distintos tratamientos térmicos.

se presentan en la tabla 8.1. La temperatura no supera en ningún caso los 650 °C con el objetivo de evitar la difusión del Cr dentro del SmCo ($t_{dif} \sim 700^\circ\text{C}$).

Se crecen muestras de SmCo y SmCoFe. La presencia de Fe aumenta el valor de la imanación remanente, aunque disminuye el valor del campo coercitivo. Puesto que el valor de campo coercitivo requerido en las muestras es de 0.1 T como mínimo y este tipo de aleaciones presentan valores de campo coercitivo de hasta 2-3 T, es esperable que la reducción de campo coercitivo producida por el Fe mantenga su valor dentro del margen aceptable para el proyecto. El resumen de las muestras crecidas por PLD se presenta en la tabla 8.2.

Muestra	Sm (%)	Co (%)	Fe (%)	Espesor
SmCo	14.3	85.7	-	90 - 110 nm
Sm(CoFe)	14.9	82.9	2.2	100 - 120 nm

Tabla 8.2. Composición y espesor de las muestras crecidas en este trabajo.

Inicialmente en la muestra crecida con hierro, se pretendía sustituir un 30 % del Co presente en la aleación por Fe, pero como se puede comprobar en la tabla 8.2, la composición medida revela que únicamente se consiguió sustituir un 2.6 %.

8.1.2. Caracterización estructural y composición

Los diagramas de difracción de rayos X, mostrados en la figura 8.1, confirman su carácter amorfo.

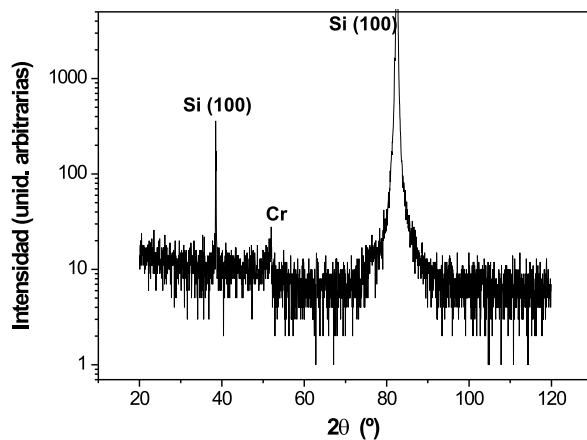


Figura 8.1. Diagrama de difracción de rayos X de la muestra SmCo (todas las muestras crecidas, sin someter a tratamiento térmico, presentan diagramas de difracción similares).

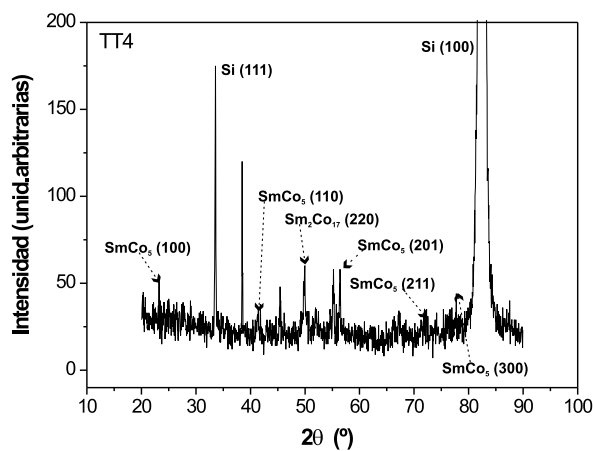


Figura 8.2. Diagrama de difracción de rayos X de la muestra SmCo sometida a TT4.

Los diagramas de difracción de las muestras recocidas por debajo de 650°C son similares, no apareciendo en ellas ningún pico de difracción. Por lo tanto, no se observa ningún proceso de cristalización hasta 650 °C. La figura 8.2 muestra el diagrama de difracción de rayos X de la muestras SmCo sometida a TT4. En esta muestra sí se observa ya picos correspondientes a las fases cristalinas SmCo_5 (100), SmCo_5 (110), $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ (220), SmCo_5 (201), SmCo_5 (211) y SmCo_5 (300).

8.1.3. Propiedades magnéticas

La figura 8.3 recoge los ciclos de histéresis correspondientes a las distintas muestras de SmCo en las direcciones perpendicular y paralela al plano. Los valores de imanación de saturación, campo de saturación, campo coercitivo e imanación de remanencia se recogen en la tabla 8.3.

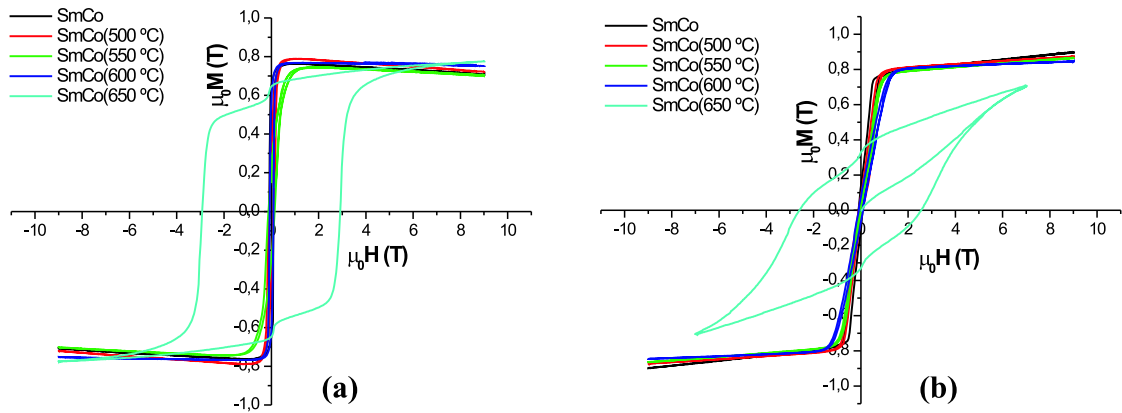


Figura 8.3. Ciclos de histéresis de las muestras SmCo. (a) dirección paralela: sin tratamiento térmico (negro) y sometida a los distintos tratamientos térmicos. (b) dirección perpendicular: sin tratamiento térmico (negro) y sometida a los distintos tratamientos térmicos.

Los resultados obtenidos para las propiedades magnéticas de estas muestras en el plano muestran que, por un lado las muestras SmCo y SmCo(TT4) presentan el mismo valor de remanencia (0.64 T), que es además el mayor valor de imanación de remanencia obtenido para estas muestras, mientras que por otro lado, el valor

\parallel	$\mu_0 M_s$ (T)	$\mu_0 H_s$ (T)	$\mu_0 H_c$ (T)	$\mu_0 M_r$ (T)
SmCoB	0.77	0.78	0.09	0.64
SmCoB(TT1)	0.80	0.82	0.09	0.31
SmCoB(TT2)	0.76	1.31	0.13	0.23
SmCoB(TT3)	0.77	0.57	0.09	0.59
SmCoB(TT4)	0.73	7.6	2.91	0.64
\perp	$\mu_0 M_s$ (T)	$\mu_0 H_s$ (T)	$\mu_0 H_c$ (T)	$\mu_0 M_r$ (T)
SmCoB	0.77	1.05	0.09	0.13
SmCoB(TT1)	0.79	1.62	0.08	0.07
SmCoB(TT2)	0.77	1.51	0.04	0.03
SmCoB(TT3)	0.80	1.93	0.09	0.07
SmCoB(TT4)	0.77	7.8	2.58	0.33

Tabla 8.3. Propiedades magnéticas de la muestra SmCo sin tratamiento térmico y sometida a los distintos tratamientos térmicos en las direcciones paralela y perpendicular al plano

de campo coercitivo en el plano obtenido para la muestra que presenta la fase cristalina de SmCo (SmCo(TT4)) es mucho mayor que el de la muestra sin someter a tratamiento térmico. El valor de imanación de remanencia empeora con el tratamiento térmico en las muestras SmCo(TT1) y SmCo(TT2) mejorando para la muestra SmCo(TT3).

El tratamiento térmico TT4 es el que da lugar a un cambio apreciable en las propiedades magnéticas de las muestras, ya que aumenta mucho el valor de campo coercitivo y el de la imanación de remanencia al aparecer las fases cristalinas $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ y SmCo_5 . La muestra sometida a TT4 presenta un campo coercitivo de 2.6 T y una imanación de remanencia de 0.33 T, que no es un valor muy elevado pero es una mejora respecto a las propiedades iniciales que presentan estas muestras fuera del plano.

En lo relativo a la muestra con Fe, el tratamiento térmico también mejora sus propiedades magnéticas (ver figura 8.4 y tabla 8.4). La remanencia es similar a la

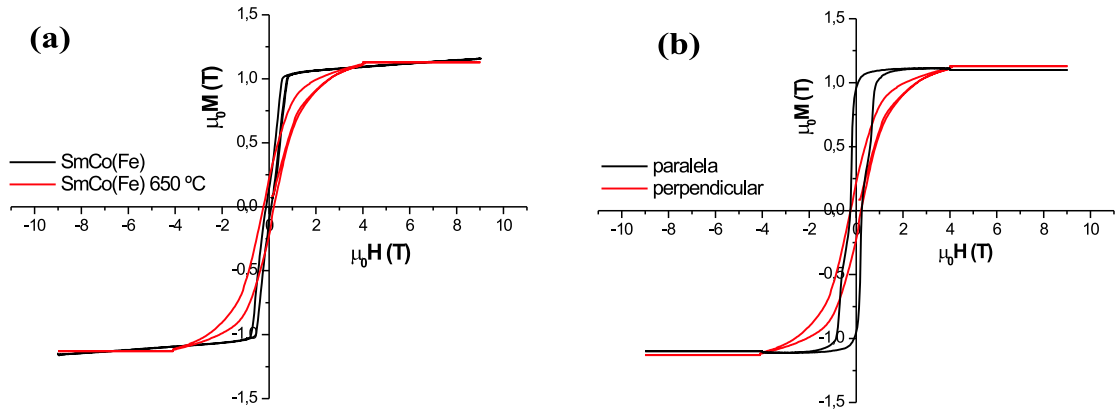


Figura 8.4. (a) Ciclos de histéresis \perp de la muestra SmCo(Fe) (negro) y SmCo(Fe) TT4 (rojo). (b) Ciclos de histéresis de la muestra SmCo(Fe) TT4 en la dirección \perp (negro) y \parallel (rojo).

observada en la muestra SmCo(TT4), pero el valor de campo coercitivo es bastante menor.

\perp	$\mu_0 M_s$ (T)	$\mu_0 H_s$ (T)	$\mu_0 H_c$ (T)	$\mu_0 M_r$ (T)
SmCo(Fe)	1.03	0.95	0.11	0.12
SmCo(Fe)TT4	1.12	3.79	0.22	0.22

Tabla 8.4. Propiedades magnéticas de la muestra SmCo(Fe) sin tratamiento térmico y sometida a TT4 en la dirección perpendicular al plano

Hay que tener en cuenta que no se consiguió sustituir el 30 % de Co que se pretendía inicialmente sino únicamente un 2.6 %. Esta cantidad de hierro en la muestra no es suficiente para que el valor de imanación de remanencia aumente pero sí para que la disminución en el valor del campo coercitivo sea significativa.

8.2. SmCo crecido mediante *sputtering*

Este trabajo ha sido realizado en colaboración con el "Grupo de Dispositivos Magnéticos" en las instalaciones del ISOM.

En esta sección trataremos el crecimiento del mismo tipo de películas de SmCo explicado anteriormente, pero en este caso mediante la técnica de *sputtering* que permite obtener valores mayores de espesor de manera más sencilla.

8.2.1. Fabricación de muestras

Las películas de SmCo se crecen sobre sustratos de Si (100) con diferentes presiones de crecimiento, usando blancos de $\text{Sm}_2(\text{CoFeCuZr})_{17}$ sinterizados y desimantados. La presión base en la cámara está por debajo de 5×10^{-7} mbar. Se crecen 3 tipos diferentes de muestras (tabla 8.5). La superficie de las muestras B y C se recubre con una capa de Mo de 30 nm de espesor para evitar la posible oxidación.

Muestra	capa base	material magnético	capa superior
A	-	SmCo	-
B	-	SmCo	Mo
C	Mo	SmCo	Mo

Tabla 8.5. Diferentes muestras crecidas mediante *sputtering*.

El espesor de la *capa base* de Mo se fija en 100 nm para intentar conseguir un valor de campo coercitivo elevado y a la vez evitar la excesiva rugosidad de la superficie [107]. Las presiones utilizadas en los distintos crecimientos fueron 3×10^{-3} mbar para las muestras tipo A y 3.5×10^{-3} mbar (LP) y 2.5×10^{-2} mbar (HP) para las muestras tipo B y C. Los valores de los espesores de las muestras de SmCo están comprendidos entre 550 y 650 nm. Las muestras fueron sometidas a tres tratamientos térmicos distintos con el objetivo de aumentar el valor del campo coercitivo y de imanación de remanencia. Los dos primeros tratamientos térmicos se llevaron a cabo en un horno tubular de resistencias con un flujo constante de Ar, a 600°C durante una hora, mientras que el tercero se realizó en un pequeño horno tubular que forma

parte de un VSM, con un campo de 2 T aplicado en la dirección perpendicular de la superficie de la muestra. La diferencia entre los dos primeros tratamientos térmicos es que en el segundo, cuando la temperatura está descendiendo, hay otro paso más donde la temperatura se mantiene a 400°C durante una hora. La tabla 8.6 muestra los tres diferentes tratamientos térmicos.

Tratamiento térmico	T ₁ (°C)	t(s)	T ₂ (°C)	t(s)	B(T)
HT1	600	60	-	-	-
HT2	600	60	400	60	-
HT3	600	60	-	-	2

Tabla 8.6. Diferentes tratamientos térmicos. B es el campo magnético aplicado.

8.2.2. Resultados: Caracterización estructural, composición y propiedades magnéticas

Todas las muestras crecidas mediante *sputtering* a temperatura ambiente crecen amorfas.

Las muestras tipo A que no se sometieron a tratamiento térmico, presentan una clara y definida anisotropía en el plano y como se muestra en la figura 8.5, los valores de imanación de remanencia son mucho mayores en el plano (0°C) que fuera de él (90°C). Estas muestras fueron sometidas únicamente al tratamiento térmico HT1. Los rayos X realizados tras el tratamiento térmico (figura 8.6(a)), muestran la presencia de las fases cristalinas Sm₂Co₇ y Sm₂Co₁₇.

Después del tratamiento térmico, tanto los valores de campo coercitivo, como los de la imanación de remanencia normalizada aumentan considerablemente respecto a la fase amorfa debido a la presencia de las fases cristalinas. Además aparece una contribución a la anisotropía fuera del plano. A pesar de la presencia de las fases cristalinas no hay evidencia de textura magnética, ya que no hay diferencia en los ciclos de histéresis realizados a distintos ángulos en el plano.

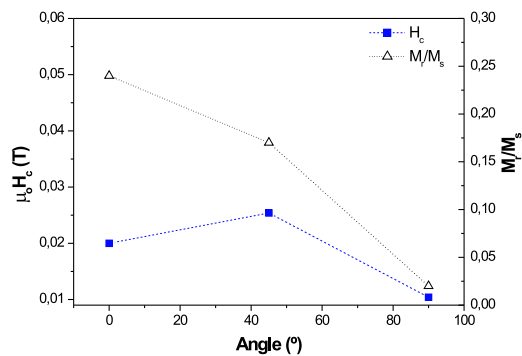


Figura 8.5. H_c (cuadrados) y M_r/M_s (triángulos) medidos a diferentes angulos con la superficie de la muestra. Muestras sin tratamiento térmico crecidas a una presión de 3×10^{-3} mbar.

Las muestras tipo A sometidas a tratamiento térmico parecen tener por lo tanto un comportamiento más isotrópico con un eje fácil mucho menos marcado en el plano. El valor de campo coercitivo fuera del plano aumenta pasando a ser mayor que el que presenta la muestra en el plano.

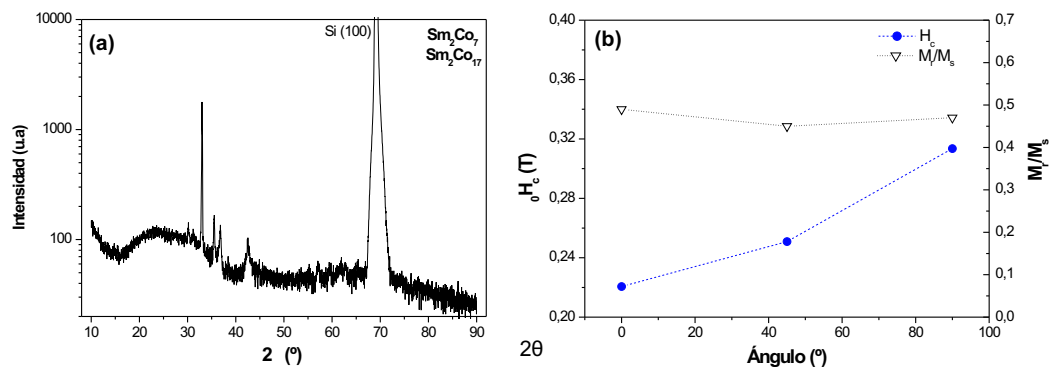


Figura 8.6. Muestras A crecidas a 3×10^{-3} mbar después del recocido HT1 (a) XRD (b) H_c (círculos) y M_r/M_s (triángulos) medidos a diferentes angulos con la superficie de la muestra.

Todas las películas de SmCo tipo B y tipo C sin someter a tratamiento térmico son amorfas. Las crecidas a la presión más baja contienen menos cantidad de Sm y presentan una clara y definida anisotropía en el plano (figura 8.7(a)), mientras que las muestras obtenidas usando la presión más alta contienen mayor cantidad de Sm y presentan una anisotropía con contribución fuera del plano (figura 8.7(b)). El porcentaje de Sm presente en las muestras crecidas a las diferentes presiones se muestra en la tabla 8.7.

Presión de crecimiento (mbar)	% Sm
2×10^{-3}	21.8
3×10^{-3}	18.9
3.5×10^{-3}	16.8
2.5×10^{-2}	19.7

Tabla 8.7. contenido de Sm en función de las diferentes presiones de crecimiento.

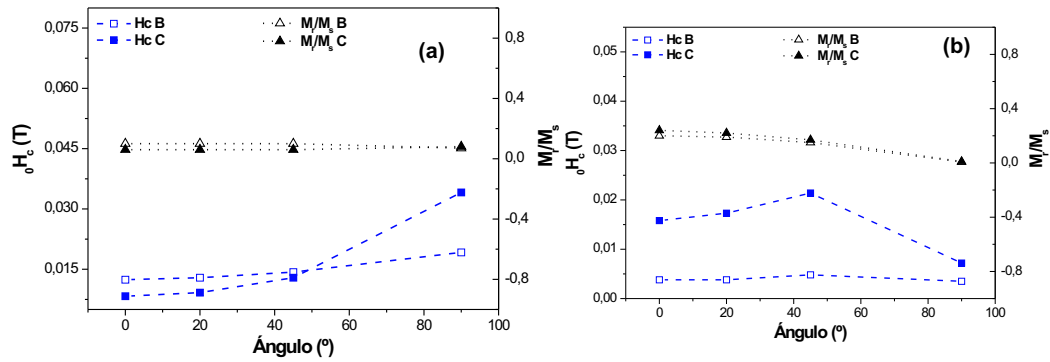


Figura 8.7. Muestras tipo B y tipo C sin tratamiento térmico (a) H_c (cuadrados) y M_r/M_s (triángulos), para la presión más baja de crecimiento 3.5×10^{-3} mbar (b) H_c (cuadrados) y M_r/M_s (triángulos), para la presión más alta de crecimiento 2.5×10^{-2} mbar.

Las medidas de Rayos X llevadas a cabo en las muestras crecidas a diferente presión después de ser sometidas a los distintos tratamientos térmicos muestran la presencia de las fases cristalinas SmCo_5 , Sm_2Co_7 y Co para todos los tratamientos

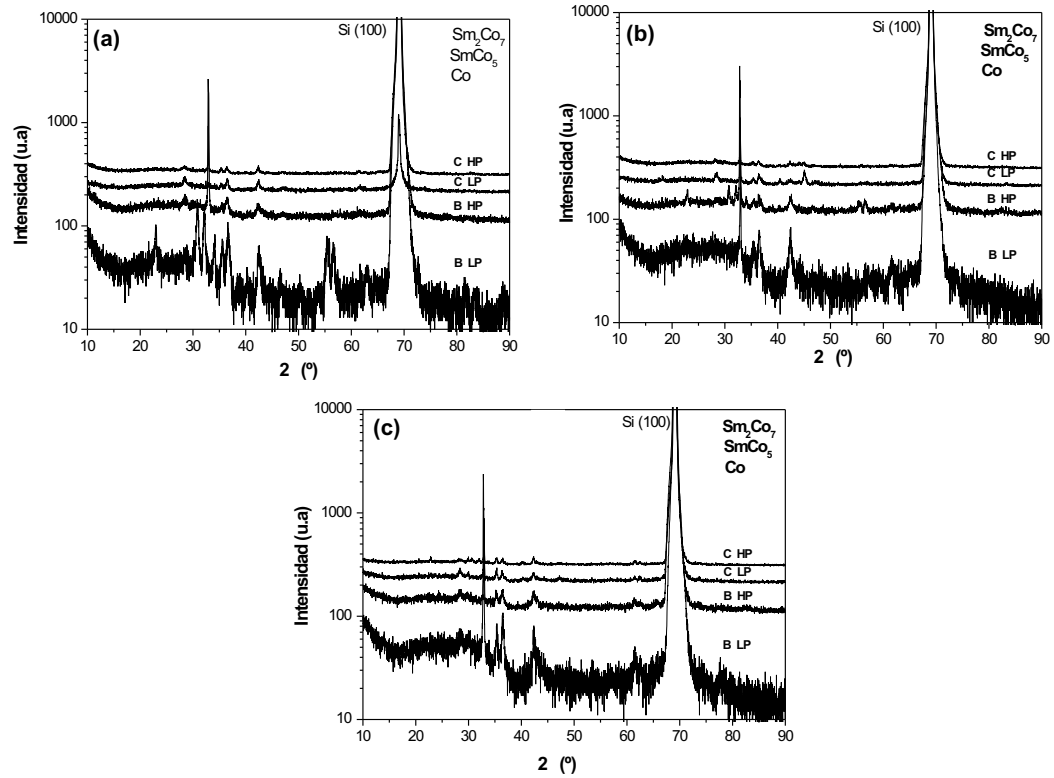


Figura 8.8. Resultados obtenidos mediante XRD para las muestras recocidas tipo B y tipo C crecidas usando la presión más baja (LP) y la más alta (HP) (a) HT1 (b) HT2 (c) HT3.

térmicos (figura 8.8). La presencia de Co cristalino indica la falta de Sm necesario para combinarse con el Co y formar fases de SmCo.

Las figuras 8.9, 8.10 y 8.11 muestran cómo el campo coercitivo en los tipos de muestra B y C aumenta considerablemente después de someterlas a los distintos tratamientos térmicos debido a la aparición de las fases cristalinas. Las muestras tipo B presentan valores de campo coercitivo de 0.26 T y 0.35 T dentro y fuera del plano respectivamente después del tratamiento térmico, mientras que las muestras tipo C presentan campos coercitivos de alrededor de 0.1 T en el plano y 0.15 T fuera de él. Los valores de campo coercitivo de las muestras amorfas sin someter a

tratamiento térmico son de entre 4 mT y 30 mT (figura 8.7). Por un lado, el campo coercitivo es siempre mayor en las muestras tipo B, tanto para la presión más alta como para la más baja, para todos los tratamientos térmicos llevados a cabo. Por otro lado, los valores de campo coercitivo en casi todas las muestras son siempre mayores para las muestras crecidas a la presión mayor.

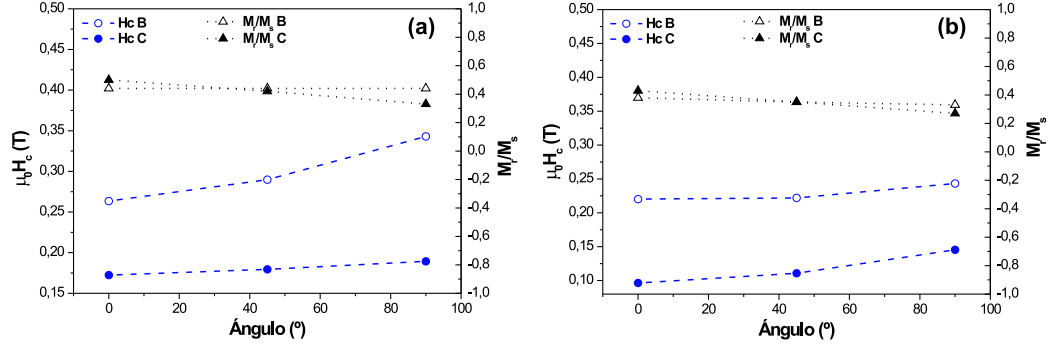


Figura 8.9. H_c (círculos) y M_r/M_s (triángulos) medidos a diferentes ángulos con la superficie de la muestra después de HT1 (a) muestras crecidas a la presión más baja (3.5×10^{-3} mbar) (b) muestras crecidas a la presión más alta (2.5×10^{-2} mbar).

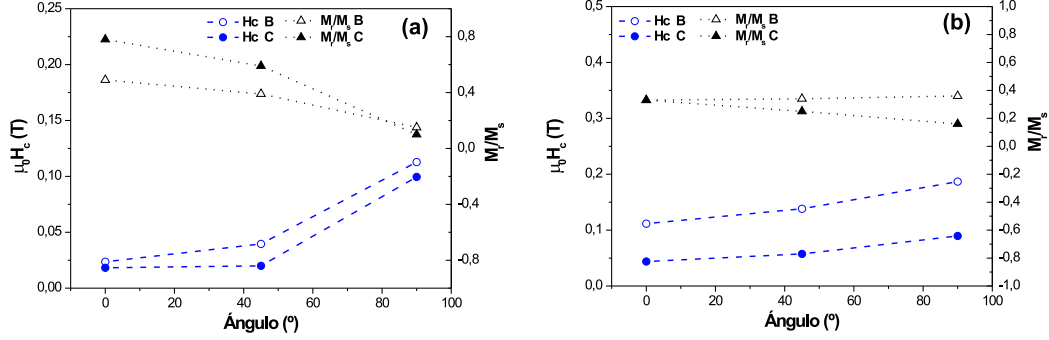


Figura 8.10. H_c (círculos) y M_r/M_s (triángulos) medidos a diferentes ángulos con la superficie de la muestra después de HT2 (a) muestras crecidas a la presión más baja (3.5×10^{-3} mbar) (b) muestras crecidas a la presión más alta (2.5×10^{-2} mbar).

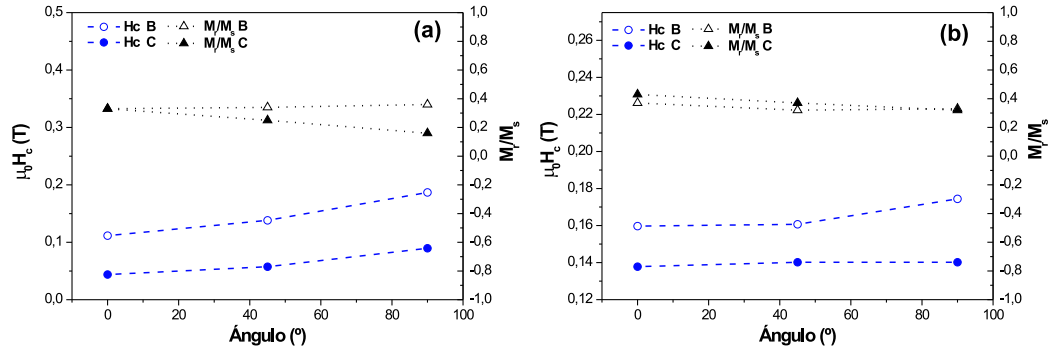


Figura 8.11. H_c (círculos) y M_r/M_s (triángulos) medidos a diferentes ángulos con la superficie de la muestra después de HT3 (a) muestras crecidas a la presión más baja (3.5×10^{-3} mbar) (b) muestras crecidas a la presión más alta (2.5×10^{-2} mbar).

Teniendo en cuenta que el contenido de Sm es inferior en las muestras obtenidas usando la presión de crecimiento más baja (3.5×10^{-3} mbar), parece razonable que sean estas muestras las que presentan los valores de campo coercitivo menores. Cuanto menor sea el porcentaje de Sm presente en la muestra, menor será la cantidad de Sm que pueda combinarse con el Co para dar lugar a las fases cristalinas de SmCo, lo que significa menos anisotropía cristalina [101,122]. Además hay que tener en cuenta la posible difusión de Mo hacia la capa de SmCo.

Respecto a los valores de imanación de remanencia, hay dos puntos importantes a considerar. Primero, las muestras crecidas usando la presión más baja son las que muestran valores mayores de M_r/M_s , exceptuando la muestra sometida a HT1 que presenta los mismos valores de remanencia para ambas presiones de crecimiento. Este hecho es debido a que las muestras crecidas a la presión más baja son las que contienen menos porcentaje de Sm y por lo tanto, mayor porcentaje de Co. Existen varios trabajos que han demostrado que la cantidad de Sm presente en la muestra afecta, no sólo al valor del campo coercitivo, sino también al de imanación de remanencia. Cuanta menos cantidad de Sm haya en la muestra, mayor presencia del metal de transición (Co) que es el que aporta el momento magnético a la muestra obtenida [101,122]. Además, las muestras sin *capa base* de Mo (tipo B), son las que

muestran los valores más altos de imanación de remanencia para la misma presión de crecimiento, exceptuando de nuevo las muestras sometidas al recocido HT1.

Las muestras tipo B sometidas a tratamiento térmico, parecen ser isótropas, sin una anisotropía definida, lo que significa que aumenta la contribución a la anisotropía fuera del plano de la muestra respecto a las muestras amorfas, mientras que las muestras tipo C sometidas a tratamiento térmico (con *capa base* de Mo) siguen presentando una clara anisotropía en el plano. El tratamiento térmico llevado a cabo aplicando un campo magnético de 2 T constante y perpendicular a la superficie de la muestra (HT3) no mejora significativamente las propiedades magnéticas de las muestras. Tanto la mayor contribución a la anisotropía fuera del plano, como los mayores valores de campo coercitivo e imanación de remanencia se obtienen para el tratamiento térmico HT1.

8.3. Conclusiones

- PLD

Los valores obtenidos de campo coercitivo e imanación de remanencia para las muestras de SmCo crecidas por PLD y sometidas a tratamientos térmicos posteriores se aproximan a los que queremos obtener, pero con un eje fácil en el plano de la muestra. No obstante, los tratamientos térmicos a temperaturas superiores a 600°C mejoran las propiedades magnéticas medidas fuera del plano. Fuera del plano se han conseguido valores de campo coercitivo elevados (2.6 T) y se ha conseguido incrementar el valor de imanación de remanencia hasta 0.33 T. Este valor de imanación de remanencia no llega a ser suficiente para obtener el momento magnético requerido teniendo en cuenta las limitaciones que impone el dispositivo de medida en cuanto al volumen de muestra necesario.

Por otro lado, en las muestras SmCoFe, el Fe, aunque presente en muy poca cantidad, provoca una disminución apreciable en el valor del campo coercitivo

de las muestras pero no incrementa en la misma medida el valor de imanación de remanencia.

El trabajo en el IFW está pendiente de completar ya que el tiempo de estancia fue limitado inicialmente a un mes. Se pretende continuar esta línea de investigación con la idea de obtener películas de SmCo con las propiedades requeridas fuera del plano ya que las mejoras obtenidas son prometedoras.

■ *Sputtering*

El tratamiento térmico posterior al crecimiento de las muestras permite obtener películas de SmCo con valores altos de H_c fuera del plano que superan los valores que se obtienen con campo aplicado en el plano. Además permite sacar parcialmente el eje fácil fuera del plano de modo que se obtiene una contribución a la anisotropía en esta dirección.

La *capa base* de Mo empeora las propiedades magnéticas fuera del plano. Da lugar a valores más bajos de campo coercitivo y una menor contribución a la anisotropía en esta dirección. La presión de trabajo utilizada durante el crecimiento afecta a los valores obtenidos de campo coercitivo e imanación de remanencia ya que está relacionada con el contenido en samario de las muestras crecidas. Una presión mayor favorece el valor del campo coercitivo fuera del plano mientras que una presión menor favorece el valor de la imanación de remanencia en esta dirección. El tratamiento térmico HT1 es el que da lugar a mejores valores de ambas magnitudes en la dirección perpendicular al plano.

Capítulo 9

Conclusiones Generales y Trabajo Futuro

Este capítulo tratará tanto las conclusiones generales de las diferentes líneas de investigación que se han seguido en el desarrollo de esta tesis doctoral, como las líneas de investigación que permanecen abiertas y que presentan interés para su continuación en un trabajo futuro.

Las conclusiones de los distintos trabajos que se presentan en esta tesis, se estructurarán en cuatro apartados que coinciden con los cuatro grandes capítulos de esta memoria, mientras que las líneas de trabajo futuro se dividirán en dos bloques: los sensores fluxgate y el gradiómetro MANTIS.

9.1. Conclusiones generales

9.1.1. Aleaciones de CoP

La electrodeposición de CoP a temperatura ambiente no es una buena opción para crecer sobre sustratos rígidos. La razón principal son las tensiones que aparecen en la muestra debidas a la producción de hidrógeno gas durante la electrodeposición. Por lo tanto, la electrodeposición a temperatura ambiente es inviable para el crecimiento de aleaciones de CoP como núcleo de los sensores fluxgate planares que se

desarrolla en esta tesis doctoral ya que los sustratos sobre los que se ha de crecer el material son placas de circuito impreso (PCB).

En cuanto a las multicapas de CoP, existe una relación lineal entre el número de bicapas que conforman la multicapa (N) y el valor de campo de propagación que presentan dichas muestras. Por otro lado, la dependencia del campo coercitivo con la frecuencia no se ve afectada por el número de bicapas N . Para valores de $f < 1$ kHz, las propiedades magnéticas están controladas por el valor de H_p . Por tanto, para tener una muestra con el menor H_c , el valor de N ha de ser el menor posible, siempre y cuando la anisotropía magnética esté contenida en el plano. Para valores de $f > 1$ kHz, el valor de N no afecta de manera significativa a la respuesta magnética del material ya que las propiedades magnéticas de la muestra comienzan a estar controladas por el valor de H_c , cuya dependencia con la frecuencia es independiente del número de bicapas. El valor de la magnetostricción es también independiente del valor de N .

9.1.2. Sensores fluxgate

Los sensores fabricados con núcleo multicapa de CoP presentan una sensibilidad prácticamente independiente del número de bicapas N , disminuyendo bruscamente en el caso del sensor fabricado con núcleo bicapa. El ruido a 1 Hz de cada uno de los sensores presenta una tendencia ascendente en función de N . El número de bicapas N que forma el núcleo magnético del sensor es indiferente siempre y cuando sea suficiente para que el valor de la sensibilidad no disminuya de manera pronunciada ($N \gg 2$), y no sea tan alto como para que el ruido del sensor aumente significativamente ($N < 1500$).

Los sensores multicapa y bicapa estudiados presentan las siguientes características:

	Multicapa	Bicapa
Sensibilidad máxima (V/T)	120	10
Máximo Rango lineal	0 - 250 μ T	0 - 1 T
Histéresis	No observada	0.2 G
Campo mínimo detectable	0.7 μ T	30 μ T
Consumo (mW)	< 70	< 70
Resolución	< 8 nT	< 0.1 μ T
Ruido a 1 Hz (V_{rms}/\sqrt{Hz})	(1.25 - 1.75) 10^{-6}	5 10^{-8}

El sensor multicapa es una buena elección a la hora de medir campos magnéticos débiles y de hasta 250 μ T ya que presenta valores altos de sensibilidad, resolución y campo mínimo detectable.

Estos sensores se han utilizado para la comprobación de un modelo teórico para el cálculo de la sensibilidad en función de la frecuencia. Los resultados que predice el modelo ajustan satisfactoriamente a los obtenidos de forma experimental.

9.1.3. Gradiómetro MANTIS

Se ha desarrollado un gradiómetro que basa su detección en los cambios de la frecuencia de resonancia de una cabeza sensora que se encuentra vibrando en el seno de un gradiente de campo magnético creado por una configuración de cuatro bobinas. Este dispositivo permite medir el gradiente de campo magnético en un punto concreto del espacio.

Las medidas de gradiente de campo magnético se realizan en función de la frecuencia de resonancia del sistema, siendo la dependencia entre ambas magnitudes una dependencia cuadrática. Por esta razón la sensibilidad del prototipo depende del rango de valores de gradiente magnético que se pretenda medir. Para valores positivos del gradiente, la sensibilidad aumenta desde 2.03 10^{-3} Hz por G/m (valor a gradiente cero) a medida que lo hace el gradiente, siendo la resolución del prototipo de 500 G/m alrededor de gradiente cero. El peso del imán actúa como un offset de la señal desplazando la zona de mayor sensibilidad hacia valores de gradiente más

bajos. El radio del imán utilizado afecta a la sensibilidad del sistema, siendo mayor cuanto menor sea el radio del mismo. El radio del imán óptimo se encuentra entre 1-1.5 mm. El sistema permite detectar una masa mínima de *magnetita* de 0.15 g.

9.1.4. Aleaciones de SmCo

Las aleaciones de SmCo obtenidas mediante las técnicas de crecimiento en vacío descritas no presentan las propiedades magnéticas buscadas, aunque sí se han conseguido mejoras importantes en sus propiedades magnéticas con el objetivo de su posible aplicación en el dispositivo MANTIS. En ambos casos se consigue mejorar los valores obtenidos de campo coercitivo e imanación de remanencia mediante tratamientos térmicos posteriores al crecimiento de manera que se aproximen a los que se pretende obtener.

Figura 9.1. Diseño de las placas nuevas del fluxgate toroidal con el bobinado secundario integrado.

9.2.2. Dispositivo MANTIS

La precisión en las medidas en modo DF es un factor muy importante a tener en cuenta para la optimización del dispositivo. Una de las opciones es realizar medidas en vacío de modo que se potencie un aumento del valor de la Q del sistema dando lugar a una mejora en su resolución.

La obtención de un material magnéticamente duro mediante una técnica de crecimiento sigue siendo uno de los principales objetivos. Por un lado, sigue abierta la línea del crecimiento de SmCo por PLD realizado en el IFW de Dresden con la colaboración del Dr. Volker Neu. Por otro lado, se ha abierto una nueva línea de investigación en colaboración con la Dra. Nora Dempsey del CNRS de Grenoble, ya que se ha conseguido crecer películas de NdFeB sobre las membranas de Si con una buena textura perpendicular y altos valores de campo coercitivo e imanación de remanencia. Se han llegado a medir picos de resonancia en estas membranas. Sin embargo, inicialmente las membranas se recubrieron totalmente con NdFeB, lo que, como se ha explicado en el capítulo 7, dificulta la detección al disminuir la sensibilidad. Actualmente se están llevando a cabo crecimientos con máscaras de forma que parte de la superficie de la membrana vibre libremente y se espera encontrar mejores picos de resonancia y poder realizar una curva de calibración.

La membrana como soporte de la cabeza sensora es susceptible de mejora, y por ello se está evolucionando hacia otro tipo de soportes tipo cantilever en colaboración con el CNM de Barcelona. En estos se pueden fijar microimanes y crecer materiales magnéticos. Ya se han realizado algunas medidas fijando imanes como los utilizados en este trabajo a los cantilevers con resultados muy prometedores.

Este dispositivo se ha desarrollado inicialmente con la idea de tener aplicaciones como susceptómetro planetario. El dispositivo, en el estado de desarrollo en el que se encuentra actualmente únicamente puede ser utilizado como gradiómetro de campo magnético. En esta línea, habría que proveer al sistema con una bobina capaz de imanar el material que se pretenda medir, además de contar con un soporte de volumen conocido que asegure que puede contener los materiales que se pretenden medir sin dejar espacios vacíos. Estos requisitos surgen de la necesidad de conocer

con precisión la imanación de los materiales encontrados para poder catalogarlos. Como dificultad añadida hay que tener en cuenta que los materiales presentes en Marte o en la luna, nunca se presentarán en estado puro sino que parte del volumen del material que recoja el sistema estará formado por impurezas que pueden ser o no magnéticas falseando los resultados. Todas estos retos están pendientes de ser resueltos y constituyen una de las líneas más importantes de continuación de este trabajo.

Por otro lado, queda pendiente un cálculo analítico de la respuesta del sensor. Este cálculo no se realizó en su momento por la dificultad añadida por los parámetros y condiciones de contorno del sistema. Se intentaron modelos sencillos sin éxito ya que se carecía de mucha de la información que se ha obtenido gracias a las simulaciones. En el estado actual de conocimiento del sistema se intentará desarrollar un cálculo analítico que permita predecir la respuesta del sensor en función de parámetros tales como el espesor de la membrana, la superficie libre de vibración de membrana dependiendo del imán, microimán o material magnético utilizado, etc...

Lo que sabemos es una gota de agua; lo que ignoramos es el océano.

Isaac Newton (1643-1727) *Físico, filósofo, inventor, alquimista y matemático.*

Apéndice A

Centrado de la cabeza sensora y pegamentos: Prototipo 1

El centrado de la cabeza sensora respecto a la configuración de cuatro bobinas es un factor muy importante para el correcto funcionamiento del dispositivo. Como se explicará a continuación, cuando la cabeza sensora no se encuentra bien centrada la respuesta del sistema empeora. Por esta razón, se realizó un esfuerzo extra en entender las consecuencias del descentrado y posteriormente en conseguir centrar de forma precisa la cabeza sensora respecto a la configuración de bobinas.

Otro factor importante que influye en la vibración de la cabeza sensora, es el pegamento que se utilice para fijar el imán a la membrana. En este apéndice se presenta un estudio de las propiedades de vibración de la membrana en función de los pegamentos utilizados.

A.1. Centrado

El centrado del imán en la membrana y de la cabeza sensora en su conjunto respecto al sistema de cuatro bobinas, es un factor muy importante ya que influye en la curva de resonancia que se obtiene del sistema.

Al colocar la cabeza sensora (arandela, membrana e imán) en el soporte de metacrilato, se puede poner en 2 posiciones diferentes. La primera posición será siempre en la que el imán está más centrado respecto a las bobinas y a la que se llamará posición *NORMAL* mientras que la segunda es la que corresponde a un giro de 180° de la arandela respecto a la posición *NORMAL* y a la que nos referiremos como posición *LC*. La posición *LC* será entonces la posición menos centrada del imán respecto a las bobinas. Un resumen de cómo queda posicionado el imán respecto a las bobinas en las diferentes posiciones, dependiendo de lo centrado que se encuentre en la membrana, se presenta en la figura A.1.

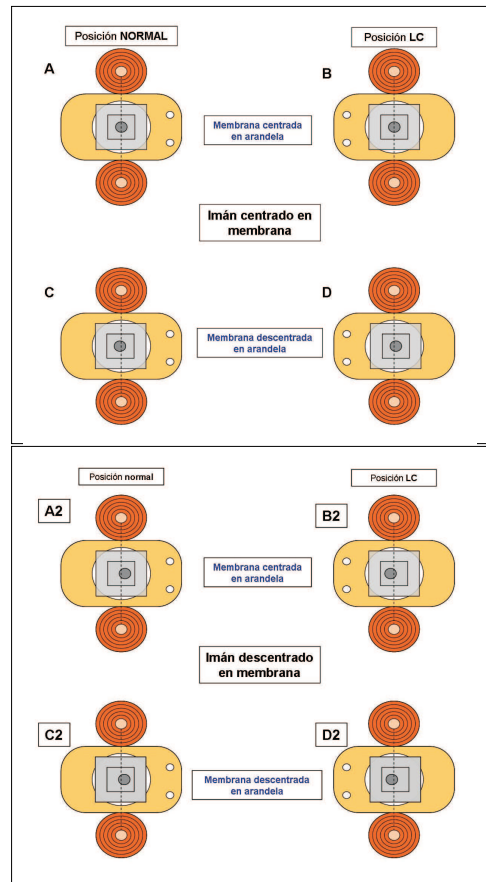


Figura A.1. Posición del imán respecto a las bobinas en el caso en que el imán se encuentre centrado o descentrado en la membrana de la cabeza sensora.

Teniendo en cuenta el sistema de centrado y posicionamiento de la cabeza sensora del prototipo 1 del dispositivo MANTIS, hay varios factores que influyen en el centrado del imán respecto a las bobinas:

1. Centrado del imán respecto a la membrana

Este centrado se lleva a cabo con el útil de pegado explicado en el capítulo 2.

Como se ha explicado en la memoria de la tesis, según las simulaciones realizadas en ANSYS, cuando el imán está pegado de forma que queda descentrado en la membrana, el pico de resonancia correspondiente al segundo y tercer modo (estos dos modos coinciden en frecuencia), se desdobra dando lugar a dos picos de resonancia distintos.

- Imán bien centrado respecto a la membrana \longrightarrow 2 picos de resonancia (uno para el primer modo y otro para el segundo y tercero).
- Imán mal centrado respecto a la membrana \longrightarrow 3 picos de resonancia (uno para cada modo de vibración).

2. Centrado de la membrana respecto a la arandela

Al pegar la membrana en el soporte no siempre queda bien centrada. El centrado de la membrana respecto al soporte influirá en el centrado del imán respecto a las bobinas en las diferentes posiciones (*NORMAL* y *LC*).

3. Centrado de la cabeza sensora respecto a la configuración de cuatro bobinas

El centrado de la cabeza sensora respecto a la configuración de cuatro bobinas se puede traducir en el centrado del imán respecto a la configuración de bobinas. La posición del imán respecto al gradiente magnético generado por la configuración de bobinas influye en la forma en la que vibrará la cabeza sensora y por lo tanto en el correcto funcionamiento del sistema.

Los dos centrados anteriores influirán en el centrado del imán de la cabeza sensora respecto a las bobinas.

Membrana centrada en la arandela

- Imán centrado respecto a la membrana \rightarrow tanto la posición *NORMAL* como la *LC* darán lugar a un buen centrado del imán respecto a las bobinas (figura A.1 (A y B)).
- Imán descentrado en la membrana \rightarrow tanto la posición *NORMAL* como la *LC* darán lugar a un descentrado del imán respecto a la configuración de bobinas (figura A.1 (A2 y B2)).

Membrana descentrada en la arandela

- Imán centrado respecto a la membrana \rightarrow el descentrado respecto a las bobinas será el mismo en las 2 posiciones (figura A.1 (C y D))
- Imán descentrado en la membrana \rightarrow el descentrado respecto a las bobinas ya no será el mismo en las 2 posiciones (figura A.1 (C2 y D2)). En este caso se puede ver como en la figura D2 está un poco mejor centrado el imán que en la figura C2.

Si se llama A_{F1} a la amplitud del pico de resonancia correspondiente al primer modo de vibración y A_{F2} a la correspondiente al segundo modo, los resultados deberían ser los siguientes:

a) *Imán bien centrado respecto a las bobinas* (figura A.1 (A y B))

- $A_{F1} > A_{F2} \rightarrow$ en las dos configuraciones.
- Cuanto mayor sea A_{F1} , mejor centrado está el imán respecto a las bobinas.

b) *Imán descentrado respecto a las bobinas* (figura A.1 (C, D, A2, B2, C2 y D2))

- $A_{F1} < A_{F2} \rightarrow$ en las dos configuraciones.
- Cuanto mayor sea A_{F2} , peor centrado está el imán respecto a las bobinas.

A.2. Pegamentos

Se llevaron a cabo barridos de frecuencia del sistema utilizando diferentes cabezas sensoras. Todas las cabezas sensoras están formadas por membranas de 5 mm x 5 mm de zona interna y 16 μm de espesor, e imanes de SmCo de 1.5 mm de altura y 3 mm de diámetro de forma que la diferencia entre ellas es el pegamento utilizado para fijar el imán a la superficie de la membrana. En la tabla A.1 se muestran los diferentes pegamentos utilizados en el caso de cada cabeza sensora.

Cabeza sensora (CS)	Pegamento
CS 1	Superglue-3 LOCTITE (cianocrilato)
CS 2	Superceys (UNICK)
CS 3	Scotch Weld 2216 B/A
CS 4	Loctite 454 (GEL)
CS 5	Contact CEYS
CS 6	Fijaceys
CS 7	Araldit 8080 Gris-rojo
CS 8	Araldit Azul Standard
CS 9	Araldit Alta Temperatura
CS 10	Resina Epotek 302-3M 6

Tabla A.1. Tabla de las diferentes cabezas sensoras dependiendo del pegamento utilizado para fijar el imán a la membrana.

Todas las pruebas se llevaron a cabo en las dos configuraciones (las dos configuraciones se recuerdan en las figuras A.2 y A.3). La gráfica correspondiente a la cabeza sensora CS6 no se muestra ya que no daba lugar a una vibración detectable por el sistema. En general, y al contrario de lo que se esperaba, las gráficas de las figuras A.4, A.5 y A.6, muestran que el pico correspondiente al primer modo de vibración (primer pico de cada gráfica), es siempre más intenso en la *configuración 2*, aunque para los Araldit (gráficas A.5 (b), (c) y (d)) la intensidad del primer pico en ambas configuraciones es más parecida. En cualquier caso, el factor de calidad Q es siempre mayor en el caso de las medidas llevadas a cabo mediante la *configuración 1*.

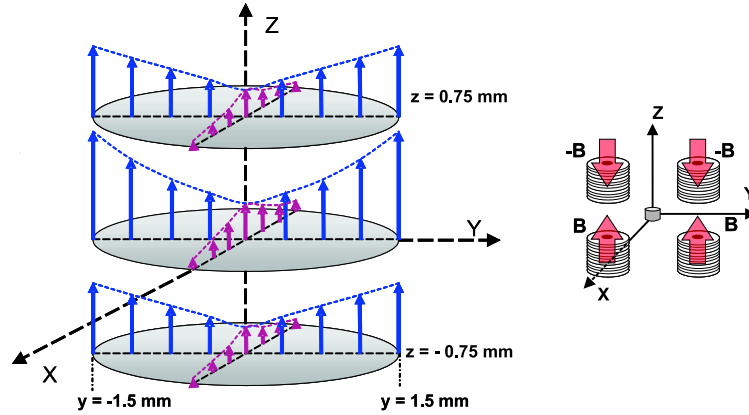


Figura A.2. Configuración 1

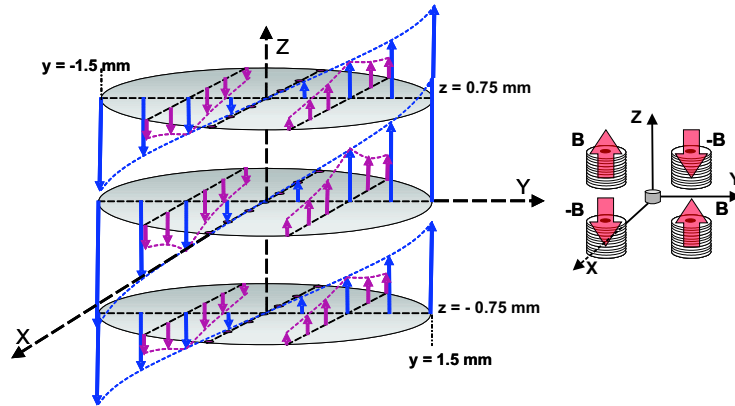


Figura A.3. Configuración 2

Se puede observar que en el caso de CS1, CS7 y CS10, el imán está bien centrado respecto a la bobina ya que no hay un desdoblamiento del pico correspondiente al segundo y tercer modo de vibración, sin embargo en el resto de los casos sí aparece el desdoblamiento indicando así un ligero descentramiento del imán en la superficie de la membrana.

Por otro lado, las frecuencias de resonancia teóricas, calculadas mediante simulaciones en ANSYS (membrana de 5 mm x 5 mm de lado, imán de 3 mm de diámetro, 1.5 mm de altura y una densidad de 7611 Kg/m³) son: para el primer modo de vi-

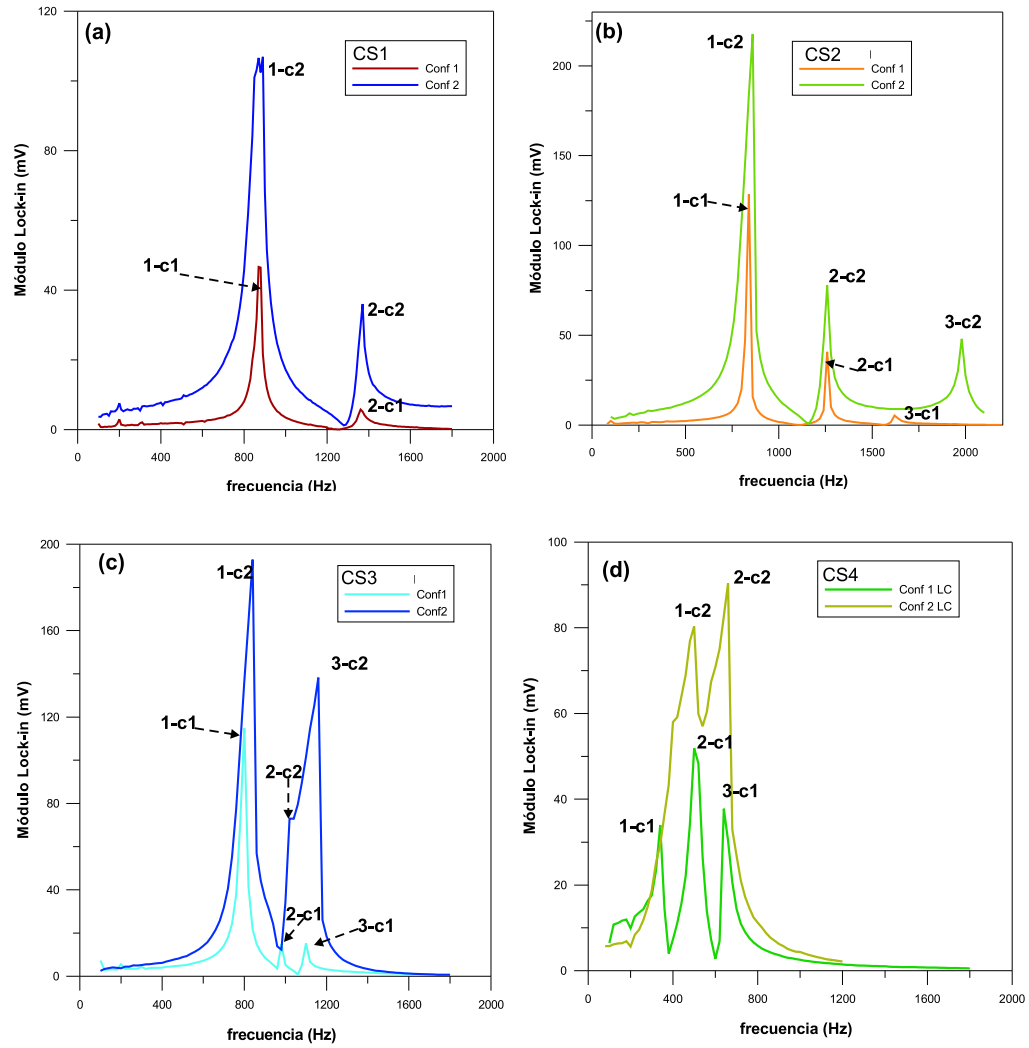


Figura A.4. .

bración, 1357 Hz si el imán está bien centrado, y 1197 Hz, si se encuentra desplazado del centro $500 \mu\text{m}$, y para el caso del segundo y tercer modo de vibración, 1768 Hz si el imán está bien centrado y 1885 Hz (segundo modo) y 2949 Hz (tercer modo) si el imán está descentrado $500 \mu\text{m}$.

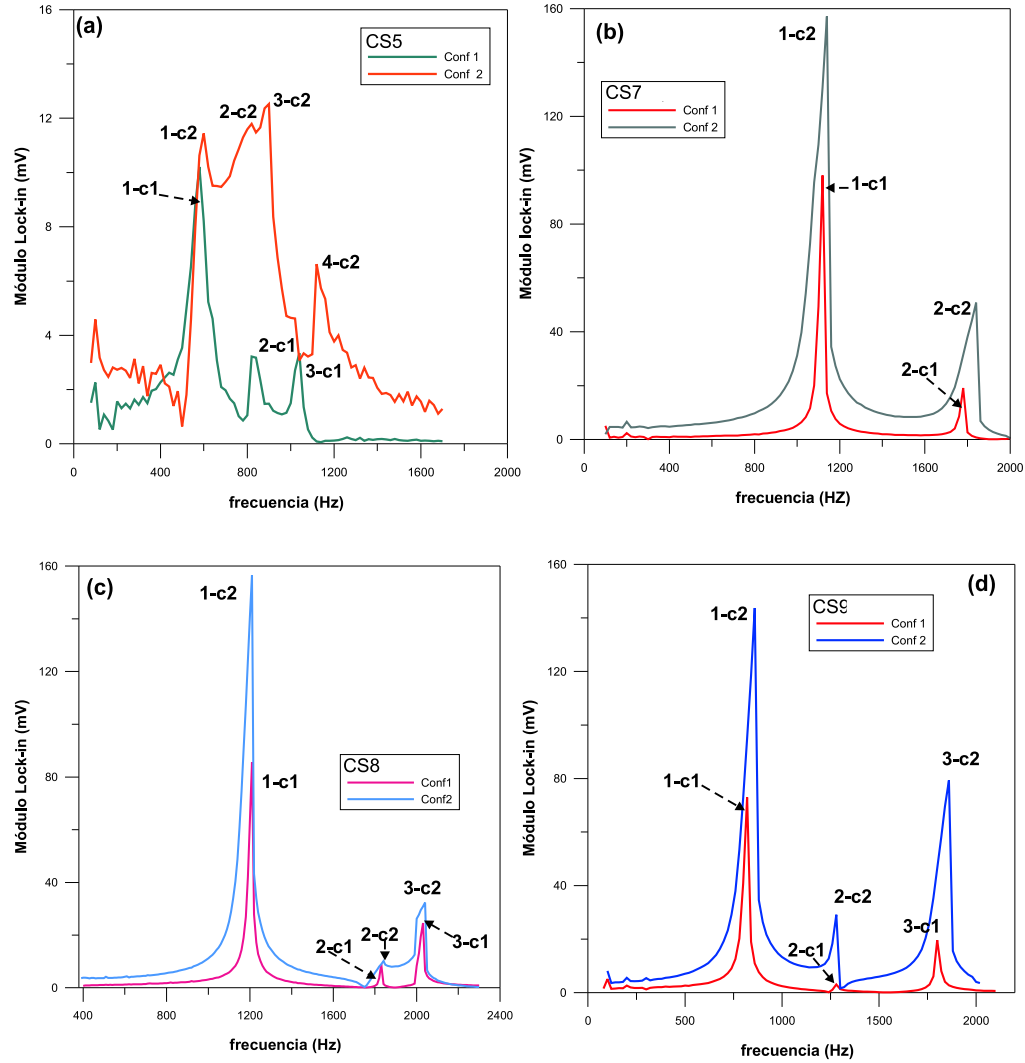


Figura A.5. .

De la tabla A.2, en la que se muestra un resumen de las características que cada pegamento aporta a la vibración de la cabeza sensora, se deduce que los mejores pegamentos son los Araldit.

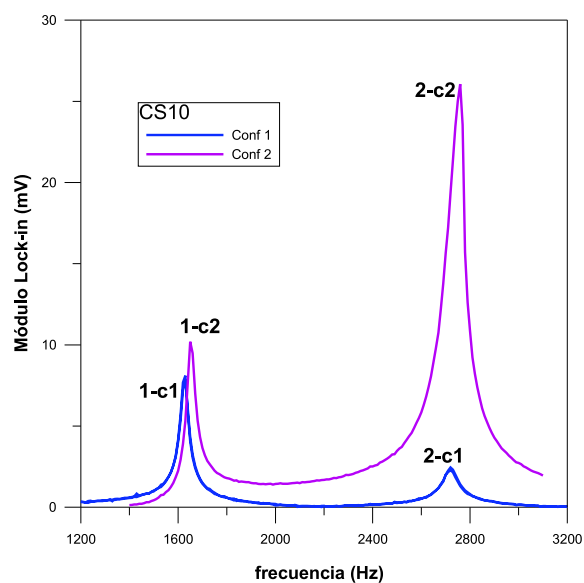


Figura A.6. .

Pegamentos	Señal limpia	Señal 100 - 250 mV	frecuencia similar a la teórica
1. Araldit	X	X	X
2. Superceys (Unick)	X	X	X
3. Cianocrilato	X	X	-
4. Scotch Weld	-	X	X
5. Loctite Gel, Contact Ceys	-	X	-
6. Resina Epotek	X	-	-
7. FIJACEYS	-	-	-

Tabla A.2. Tabla de las propiedades de vibración de la cabeza sensora en función del pegamento utilizado. Una X significa que cumple la propiedad y un - significa que no la cumple.

Apéndice B

Temperatura

En este apéndice se presenta un estudio del comportamiento del prototipo 1 del sistema MANTIS con la temperatura.

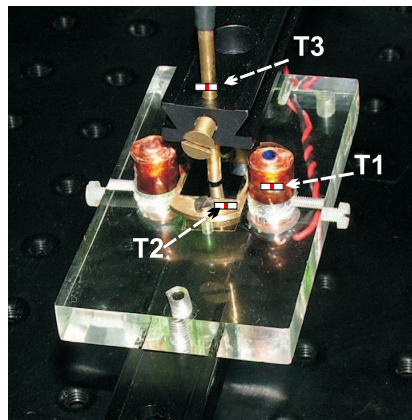


Figura B.1. Esquema representativo de la posición de los termopares para las medidas de temperatura en el prototipo 1.

Al hacer vibrar la cabeza sensora con el prototipo 1 para comenzar las medidas de prueba, se observa que la amplitud de la señal de salida de la vibración decae al cabo de un tiempo determinado. Esta caída de la amplitud de la señal puede ser debida a un aumento de la temperatura en la membrana. Con el objetivo de confirmar si el incremento de la temperatura es la causa de la caída en amplitud, y

de encontrar el origen de dicho aumento de temperatura, se colocan termopares en el sistema tal y como se indica en la figura B.1.

Este trabajo se ha realizado en colaboración con Victor de Manuel y se ha centrado en los dos efectos observados: el origen del aumento de la temperatura, y el origen de la bajada de la amplitud de la señal de respuesta. Las medidas se han llevado a cabo usando la membrana de 5 mm x 5 mm con un imán de SmCo de 3 mm de altura y 3 mm de diámetro pegado con Araldit Gris-Rojo y a una frecuencia de 200 Hz. La intensidad que se hace pasar por las bobinas es de 50 mA en todo momento.

1. Estudio del origen del aumento de temperatura.

Para llevar a cabo este estudio, se realizaron medidas de la variación de la temperatura con el tiempo colocando termopares en distintos puntos del sistema; en las bobinas (T1), en la arandela de latón (T2) y en la funda de latón que recubre las fibras detectoras (T3) (figura B.1).

Como se observa en la figura B.2 (a), la arandela de latón se calienta más cuando no hay membrana que cuando la hay. Este resultado parece indicar que el latón difunde parte del calor hacia la membrana por conducción.

Para determinar si el parte del aumento de temperatura es debido a corrientes inducidas, se practican una serie de taladros en una de las arandelas de latón. El resultado muestra que la arandela de latón taladrada se calienta igual que la que no lo está, de manera que el aumento de temperatura no puede ser debido, de forma determinante, a las corrientes de Foucault.

Si se quita la arandela latón y se hacen medidas de temperatura cerca y lejos de las bobinas (figura B.2 (b)), se observa un aumento de la temperatura que es menor cuanto mayor es la distancia a las bobinas. El incremento de temperatura es del orden de 5°C y coincide con el que se produce en la arandela de latón. El aumento de temperatura en la arandela de latón parece ser por lo tanto, debido casi en su totalidad al calor disipado por las bobinas que conducen el calor a través del soporte de metacrilato.

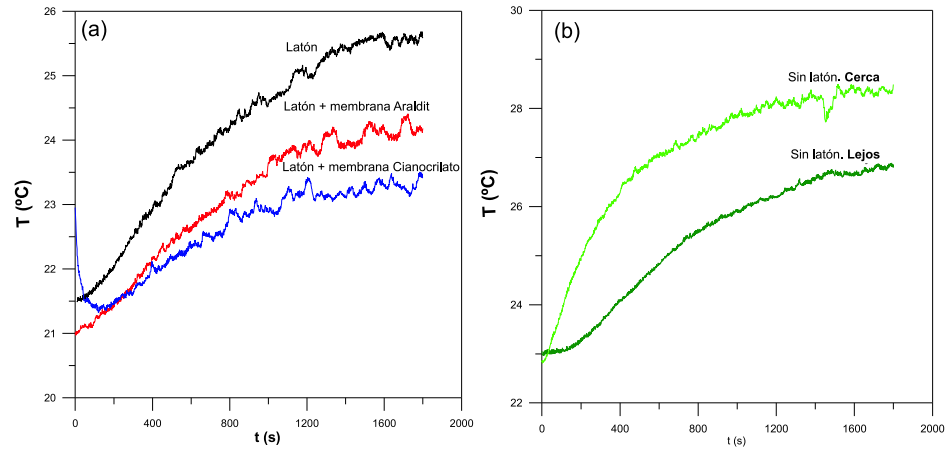


Figura B.2. (a) Medidas de temperatura con el tiempo sobre la arandela de latón sin membrana (negro), sobre la arandela de latón con membrana pegada con Araldit (rojo) y sobre la arandela de latón con membrana pegada con cianocrilato (azul). (b) Medidas de temperatura con el tiempo sobre el sistema sin la arandela de latón cerca (pegado) y lejos (en el centro del sistema) de las bobinas.

2. Estudio de la bajada de amplitud de señal del lock-in.

Al comenzar a estudiar la vibración de la cabeza sensora con este primer prototipo del sistema, se comprobó que cuando la membrana llevaba un tiempo vibrando, la amplitud de vibración decaía. Para intentar conocer la razón por la que baja la amplitud de la señal a una determinada frecuencia, se pone un termopar en la funda de latón que recubre las fibras ópticas y otro en el latón de la arandela. Se hacen medidas de la temperatura que dan esos 2 termopares y de la amplitud de la señal con el tiempo.

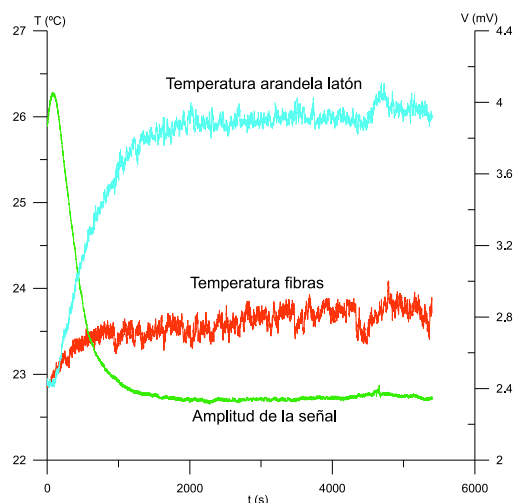


Figura B.3. Medida de la temperatura en función del tiempo del latón que recubre las fibras ópticas (rojo), de la arandela de latón (azul) y de la amplitud de la señal con el tiempo (verde).

Como se ve en la figura B.3, la temperatura en el latón que recubre las fibras es mucho menor que en el latón de la arandela. Aún así, las fibras se calientan y tenemos que estudiar la importancia de este aumento de temperatura en la amplitud de la señal de respuesta que nos dan las fibras.

La temperatura afecta a las fibras ópticas PMMA disminuyendo la cantidad de luz que se detecta en el fotodiodo. Se realizó una medida de esta deriva de la temperatura a una distancia de 0.55 mm de la membrana y se obtuvo el resultado mostrado en la figura B.4 (a).

Como se puede observar, la dependencia no es lineal, sin embargo, sí lo es la relación Voltaje/Temperatura frente a la temperatura (figura B.4 (b)), de la que se realizó un ajuste, en el rango de temperaturas 20-28°C, del tipo:

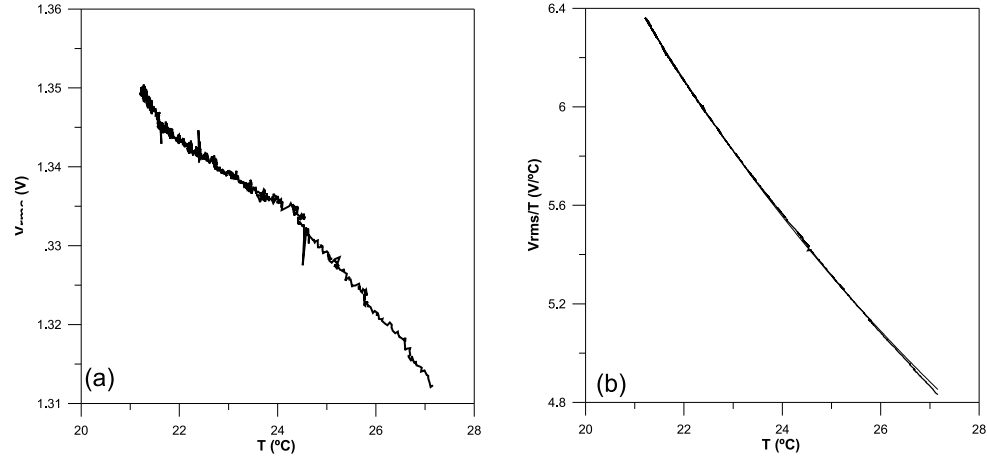


Figura B.4. (a) Voltaje rms medido en el extremo de las fibras, proporcional a la amplitud de la vibración de la cabeza sensora, en función de la temperatura. (b) Relación voltaje/temperatura frente a la temperatura.

$$\ln(V/T) = -1.0939 * \ln(T) + 5.1913 \text{ con } R^2 = 0.9998$$

Es decir, se ha supuesto una ecuación de la forma:

$$V(x, T) = \alpha(T)(mx + n) \quad (\text{B.1})$$

donde:

$$\alpha(T) = \frac{1.3442}{T^{0.09391}} \quad (\text{B.2})$$

$$m = 0.3896 \text{ mV}/\mu\text{m} \quad (\text{B.3})$$

$$n = -80.5828 \text{ mV} \quad (\text{B.4})$$

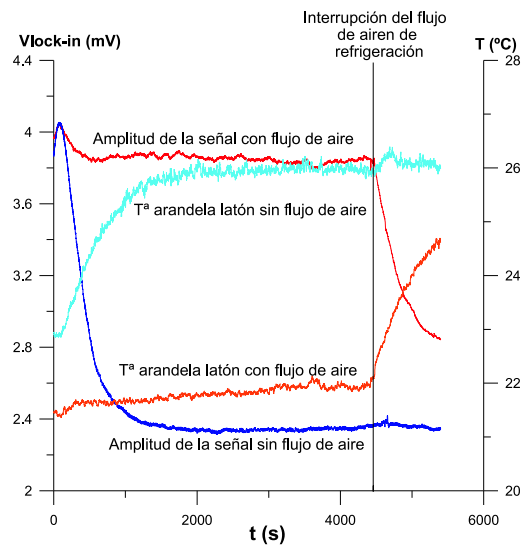


Figura B.5. Amplitud de la señal y temperatura de la arandela de latón en función del tiempo, con y sin flujo de aire frío.

Se puede por tanto apreciar que la dependencia con la temperatura es muy pequeña. Parece que el aumento de temperatura en las fibras no afecta mucho a la amplitud de la señal, por lo que se hacen pruebas con flujos de aire (ventilador) para mantener la temperatura.

Cuando no hay flujo de aire, la amplitud de la señal disminuye a la mitad al cabo de unos 4 o 5 minutos. Si hay flujo de aire también baja un poco al cabo de 4 o 5 minutos pero de forma mucho menos pronunciada (figura B.5). Si en un momento dado, como se puede observar en la figura B.5, se elimina el flujo de aire frío, la señal vuelve a bajar de nuevo bruscamente.

Estos resultados indican que a pesar de que el comportamiento de las fibras no parece afectar demasiado, esta influencia es suficiente como para provocar un descenso en la amplitud del pico de la resonancia, y por lo tanto la temperatura es un factor determinante en la estabilidad del valor que se obtiene de la amplitud de la señal.

Apéndice C

Centrado de la cabeza sensora: Prototipo 2

En este apéndice se estudia la influencia del descentrado de la cabeza sensora respecto de la configuración de cuatro bobinas en los diferentes ejes.

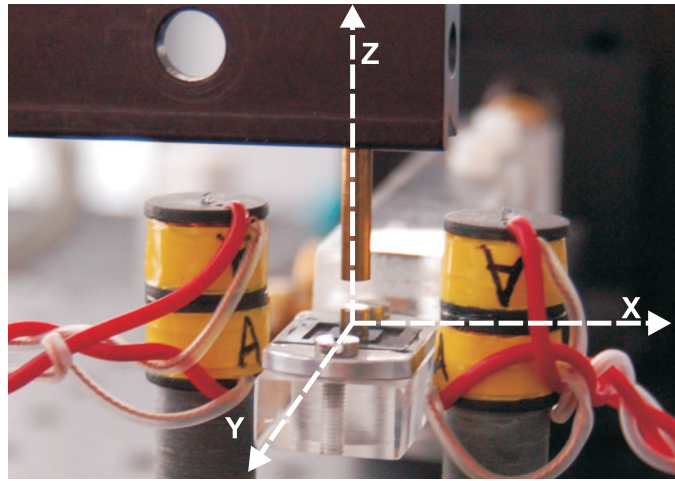


Figura C.1. Representación esquemática de los ejes del Prototipo 2.

El prototipo 2 del dispositivo MANTIS cuenta con un sistema de centrado de la cabeza sensora que nos permite un mejor posicionamiento del imán de la cabeza

sensora respecto a la configuración de bobinas. Para estudiar la influencia de este centrado se realizaron varios barridos de frecuencia descentrando la cabeza sensora en los diferentes ejes. La cabeza sensora utilizada para llevar a cabo estas medidas es la CS8, pegada con Araldit Azul Standard (ver apéndice A). Los diferentes ejes del prototipo 2 en los que se realizó el descentrado de la cabeza sensora se muestran en la figura C.1.

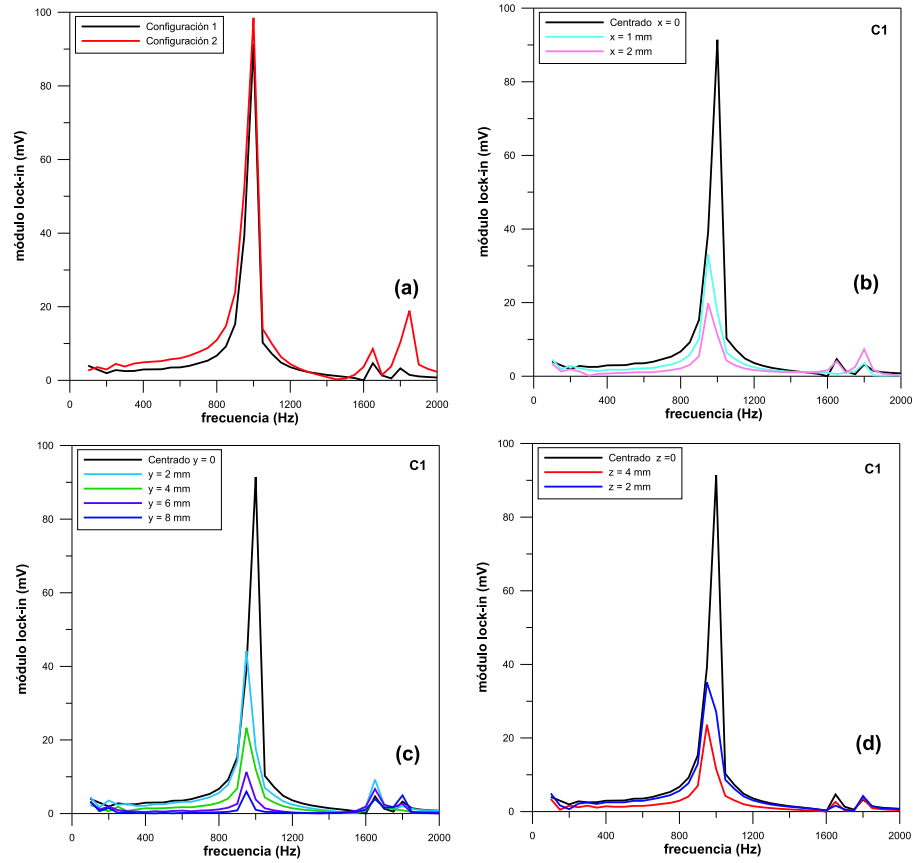


Figura C.2. (a) Barridos de frecuencia del sistema (prototipo 2) en las dos configuraciones con el imán centrado. (b), (c) y (d) Barridos de frecuencia del sistema (prototipo 2) en *configuración 1* descentrando el imán en el eje x , en el eje y y en el eje z respectivamente.

La figura C.2 (a), muestra el barrido de frecuencias del sistema con el imán bien centrado en los tres ejes en las dos configuraciones posibles de medida. Al igual que en el caso del prototipo 1, las intensidades del pico de resonancia en ambas configuraciones son parecidas aunque el factor de calidad Q es mejor en el caso de la *configuración 1*. Todas las pruebas se llevaron a cabo en esta configuración.

Como se observa en la figura C.2 (b), (c) y (d), en cuanto el imán de la cabeza sensora se descentra en cualquiera de los ejes respecto a la configuración de bobinas la intensidad del pico de resonancia disminuye. Esto demuestra la influencia del centrado de la cabeza sensora respecto a la configuración de cuatro bobinas en la calidad de las medidas. Por esta razón se hizo necesario el desarrollo de un sistema de centrado. Antes de iniciar las medidas, es importante la comprobación del correcto posicionamiento de la cabeza sensora.

Referencias

- [1] E. L. Cooper, C. Bonhote, J. Heidmann, Y. Hsu, P. Kern, J. W. Lam, M. Ramasubramanian, N. Robertson, L. T. Romankiw y H. Xu. Recent developments in high-moment electroplated materials for recording heads. *IBM Journal of Research Development*, 49(1):103–126, 2005.
- [2] X. L. Liu, P. Evans y G. Zangari. Electrodeposited Co-Fe and Co-Fe-Ni alloy films for magnetic recording write heads. *IEEE. Trans. Magn*, 36(5):3479–3481, 2000.
- [3] M. Datta. Applications of electrochemical fabrication. *IBM J. Res. Develop*, 42(5):3625–3640, 1998.
- [4] W. Ruythooren, K. Atenborough, S. Beerten, P. Merken, J. Fransaer, E. Beyne, C. Van Hoof, J. De Boeck y J.-P. Celis. Electrodeposition for the synthesis of microsystems. *IEEE Trans. Magn*, 38(5-2):3498–3500, 2002.
- [5] E. L. Silva, N. C. Nunes, M. Knobel, J. C. Denardin, D. Zanchet, K. Pirota, D. Navas y M. Vazques. Transverse magnetic anisotropy of magnetoelastic origin induced in Co nanowires. *Phys. B: Condensed Matter*, 384(1-2), 2006.
- [6] E. C. Walter, K. Ng, M. P. Zach, R. M. Penner y F. Favier. Electronic devices from electrodeposited metal nanowires. *Microelectronic Engineering*, 61-62:555–561, 2002.
- [7] P. Prod'Homme, F. Maroun, R. Cortes y P. Allongue. Electrochemical growth of ultraflat Au (111) epitaxial buffer layers on H-Si (111). *App. Phys. Lett*, 93(17):17190, 2008.
- [8] P. C. Andricacos y N. Robertson. Future directions in electroplated materials for thin films recording heads. *IBM J. Res. Develop*, 42(5):671–680, 1998.
- [9] K. Attemborough, L. Pérez, M. Cerisier, J. P. Celis y J. De Boeck. Magnetic anisotropy phenomena in electrodeposited heteroestructure devices. *Electrochem. Soc. Proc*, 29:125–136, 2000.

- [10] R. C. da Silva ad M. L. Sartorelli, M. Sardela y A. A. Pasa. Electrodeposition of Co-P on silicon. *Phys. Stat. Sol*, 187(1):85–89, 2001.
- [11] I. Kazeminezhad, H. J. Blythe y W. Schwarzacher. Alloys by precision electrodeposition. *Appl. Phys. Lett*, 78(7):1014–1016, 2001.
- [12] J. Morcillo. *Temas básicos de química*. Alhambra Universidad, 1991.
- [13] E. Kongstein, G. M Haaberg y J. Thonstad. Current efficiency and kinetics of cobalt electrodeposition in acid chloride solutions. part I: The influence of current density, pH and temperature. *J. Appl. Electrochem*, 37:669–674, 2007.
- [14] A. Brenner, D. E. Couch y E. K. Williams. Electrodeposition of alloys of phosphorous with nickel or cobalt. *J. Research Natl. Bur. Standards*, 44:109–122, 1950.
- [15] A. Brenner. *Electrodeposition of Alloys*. Academic Press Inc, 1963.
- [16] F. Fukunaka, S. Aiwaka y Z. Asaki. Fundamental study on electrodeposition of Co and Co-P films. *J. Electrochem. Soc*, 141:1783–1791, 1994.
- [17] L. Novák, A. Stančáková, A. Lovas y K. Bán. Hydrogen induced changes of magnetic properties during amorphous-nanocrystalline formation. *Czechoslovak Journal of Physics*, 54:D201–D204, 2004.
- [18] E. M. Alcalá, E. López, C. Aroca, M. C. Sánchez y P. Sánchez. Influence of hydrogen distribution on magnetic properties of amorphous samples. *Eur. Phys. J. B*, 14:473–476, 2000.
- [19] Renáta Oriňáková, Anderj Oriňák, Guido Vering, Ivan Talian, Roger M. Smith y Heinrich F. Arlinghaus. Influence of pH on the electrolytic deposition of Ni-Co films. *Thin Solid Films*, 516:3045–3050, 2008.
- [20] M. Rojas, C. L. Fan, H. J. Miao y D. L Piron. Characterization of hydrogen evolution on cobalt electrodeposits in water electrolysis. *J. Appl. Electrochem*, 22:1135–1141, 1992.
- [21] C. L. Fan, D. L. Piron, H. J. Miao y M. Rojas. Hydrogen evolution in alkaline water on cobalt electrodeposits prepared from baths containing different anions. *J. Appl. Electrochem*, 23:985–990, 1993.
- [22] E. Jartych, M. Jalochofsky y M. Budzyński. Influence of the electrodeposition parameters on surface morphology and local magnetic properties of thin iron layers. *Appl. Surf. Sci*, 193:210–216, 2002.
- [23] E. M. Alcalá, E. López, C. Aroca, M. C. Sánchez y P. Sánchez. Hydrogen induced anisotropy in magnetic amorphous ribbons. *App. Phys. Lett*, 81(2):815–820, 1997.

- [24] E. M. Alcalá, E. López, C. Aroca, M. C. Sánchez y P. Sánchez. Hydrogen effect on low-field magnetic properties of amorphous alloys. *J. Magn. Magn. Mater.*, 196-197:272–273, 1999.
- [25] P. E. Dyer y J. Shidu. Spectroscopic and fast photographic studies of scimer laser polymer ablation. *J. Appl. Lett.*, 64(9):4657–4663, 1988.
- [26] A. Gupta, B. Braren, K. G. Casey, B. W. Hussey y R. Kelly. Direct imaging of the fragments produced during excimer laser ablation of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. *Appl. Phys. Lett.*, 59(11):1302–1304, 1991.
- [27] V. Neu, S. Fähler, B. Holzapfel y L. Schultz. Pulsed laser deposition of hard magnetic SmCo films. In Rinton Press, editor, *17 workshop on Rare Earth Magnets and their Applications*, pages 438–448. Princeton, 2002.
- [28] G. Binning, C.F. Quate y Ch. Gerber. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 56:930–933, 1986.
- [29] S. Foner. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer. *Rev. Sci. Instr.*, 30:548–557, 1959.
- [30] F. Bitter. Experiments on the nature of ferromagnetism. *Phys. Rev.*, 41:507–515, 1932.
- [31] C. Aroca, E. López y P. Sánchez. Temperature effect on domain-wall damping in an amorphous alloy. *Phys. Rev. B*, 30(7):4024–4027, 1984.
- [32] D. Ciudad. *Estudio de las propiedades magnéticas y magnetostrictivas de materiales magnéticos blandos desarrollados mediante tecnologías multicapa. Aplicación a detectores y dispositivos*. PhD thesis, Universidad Politécnica de Madrid, 2007.
- [33] A. C. Tam y H. Schroeder. A new high-precision optical technique to measure magnetostriction of a thin magnetic film deposited on a substrate. *IEEE Trans. Magn.*, 25(3):2629, 1989.
- [34] P. Ripka. *Magnetic Sensors and Magnetometers*. Artech House (Boston-London), 2001.
- [35] S. Chikazumi. *Physics of Magnetism*. New York: Wiley, 1964.
- [36] H. Hoffmann. *Das elektromagnetische Feld*. Wien, New York: Springer, 1974.
- [37] W. Magnes, D. Pierce, A. Valavanoglou, J. Means, W. Baumjohann, C. T. Russell, K. Schwingenschuh y G. Graber. A sigma-delta fluxgate magnetometer for space applications. *Meas. Sci. Technol.*, 14:1003–1012, 2003.

- [38] Mario H. Acuña. Space-based magnetometers. *Rev. Sci. Instrum*, 73(11):3717–3736, 2002.
- [39] O. V. Nielsen, J. R. Petersen, F. Primdahl, P. Brauer, B. Hernando, A. Fernandez, J. M. G. Merayo y P. Ripka. Development, construction and analysis of the ørsted fluxgate magnetometer. *Meas. Sci. Technol*, 6(8):1099–1115, 1995.
- [40] F. M. Neubauer. The Giotto magnetic-field investigation. *Space. Sci. Rev*, 23:250, 1988.
- [41] P. Dyal y D. Gordon. Lunar surface magnetometers. *IEEE. Trans. Magn*, 9:226–231, 1973.
- [42] Marina Díaz-Michelena. Small magnetic sensors for space applications. *Sensors*, 9:2271–2288, 2009.
- [43] Martin A. Kits van Heyningen. The evolution of the modern electronic compass. volume 13-14. NMEA News, Octubre 1986.
- [44] L. R. Alldredge. Magnetometer. *U.S. Pat. No. 2,856,581*, 1951.
- [45] F. Primdahl. The fluxgate magnetometer. *J. Phys. E: Sci. Instrum*, 12:241–253, 1979.
- [46] S. Takeuchi y K. Harada. A resonant type amorphous ribbon magnetometer driven by an operational amplifier. *IEEE. Trans. Magn*, 20:1723–1725, 1984.
- [47] F. Föster. A method for the measurement of dc field differences and its application. *Nondestruct. Test*, 13:31–41, 1955.
- [48] A. Moldovanu. Functional study of fluxgate sensors with amorphous magnetic material core. *Sens. Actuators*, 59:105–108, 1997.
- [49] H. Aschenbrenner y G. Goubau. Eine Anordnung zur Registrierung rascher magnetischer Störungen. *Schweizerische Hochfrequenztechnik und Elektroakustik*, 47:177–181, 1936.
- [50] D. I. Gordon, R. H. Lundsten y R. A. Chiarodo. Factors affecting the sensitivity of Gamma level ring-core magnetometer. *IEEE. Trans. Magn*, 1:330–337, 1965.
- [51] R. P. Almazán, L. Pérez, C. Aroca, M. C. Sánchez, E. López y P. Sánchez. Magnetometric sensor based on planar spiral coils. *J. Magn. Magn. Matter*, 254-255:630–632, 2003.
- [52] W. Ruythooren, E. Beyne, J.-P. Celis y J. De Boeck. Integrated high frequency inductors using amorphous electrodeposited CoP core. *J. Micromech. Microeng*, 10, 2000.

- [53] O. Dezuari, S.E. Gilbert, E. Belloy y M.A.M. Gijs. A new hybrid technology for planar microtransformer fabrication. *Sens. Actuators. A*, 71:198–207, 1998.
- [54] L. Pérez, O. de Abril, M. C. Sánchez, C. Aroca, E. López y P. Sánchez. Electrodeposited amorphous CoP multilayers with high permeability. *J. Magn. Magn. Mater*, 215-216:337–339, 2000.
- [55] P. Ripka. New directions in fluxgate sensors. *J. Magn. Magn. Mater*, 215-216:735–739, 2000.
- [56] L. Pérez, C. Aroca, P. Sánchez, E. López y M. C. Sánchez. Planar fluxgate sensor with an electrodeposited amorphous core. *Sensors and Actuators A*, 109:208–211, 2004.
- [57] I. B. Puchalska y J. F. Sadoc. Zigzag band and bubble-like domains in Co-P amorphous thick-films. *J. Appl. Phys*, 47(1):333–338, 1976.
- [58] G. Dietz y A. Hünseler. Domain structure in amorphous CoP alloys. *J. Magn. Magn. Mater*, 6:68–72, 1977.
- [59] C. Aroca, J. M. Riveiro, G. Rivero y M. C. Sánchez. Domain structure in some amorphous alloys. *J. Magn. Magn. Mater*, 15(8):1379–1380, 1980.
- [60] J. M. Riveiro y M. C. Sánchez. Magnetic anisotropy of electrodeposited Co-P amorphous alloys. *IEEE. Trans. Magn*, MAG-15:1426–1428, 1980.
- [61] Riveiro, G. Rivero y M. C. Sánchez. Induced anisotropy in amorphous Co-P alloys. *J. Magn. Magn. Mater*, 31(4):1551–1552, 1983.
- [62] J. M. Riveiro, M. C. Sánchez y G. Rivero. Electrodeposited amorphous Co-P with variable magnetic anisotropy. *IEEE. Trans. Magn*, MAG-17(3):1282–1285, 1981.
- [63] C. Favieres, M. C. Sánchez, C. Aroca, E. López y P. Sánchez. CoP electrodeposited multilayers with varying magnetic anisotropy direction. *J. Magn. Magn. Mater*, 140-144:591–592, 1995.
- [64] C. Favieres, M. C. Sánchez, C. Aroca, E. López, P. Sánchez y V. Madurga. Electrolytic cylindrical CoP amorphous multilayers. *J. Magn. Magn. Mater*, 177-181:107–108, 1998.
- [65] C. Favieres, C. Aroca, M. C. Sánchez y V. Madurga. Continuous change of surface magnetization direction from perpendicular to planar in soft magnetic CoP multilayers. *J. Appl. Phys*, 91:9995, 2002.
- [66] S. S. Djokić. Electrodeposition of amorphous alloys based on the iron group of metals. *J. Electrochem. So*, 146:1824–1828, 1999.

- [67] G. S. Cargill, R. J. Gambino y J. J. Cuomo. Stripe and cylindrical domains in amorphous Co-P and Co-Ni-P films. *IEEE. Trans. Magn*, MAG-10(3):803–806, 1974.
- [68] L. Pérez. *Materiales magnéticos blandos obtenidos por electrodeposición. Aplicaciones en sensores integrados*. PhD thesis, Universidad Complutense de Madrid, Abril 2004. págs. 88-91.
- [69] A. Brenner, D. E. Couch y E. K. Willimas. Electrodeposition of alloys of phosphorous with nickel or cobalt. *J. Res. Nat. Bur. Stand*, 44:109–119, 1950.
- [70] G. Rivero, I. Navarro, P. Crespo, E. Pulido, A. García-Escorial, A. Hernando, M. Vázquez, M. Vallet y J. González-Calbet. Magnetic and structural properties of electrodeposited $\text{Co}_{1-x}\text{P}_x$ amorphous ribbons. *J. Appl. Phys*, 69(8):5454, 1991.
- [71] A. García-Arribas, J. M. Barandiarán y J. Herreros. Evolution of the magnetic anisotropy distribution of CoP amorphous alloys during crystallization. *J. Magn. Mater. Mater*, 131(1-2):129–134, 1994.
- [72] J. M. Riveiro, M. S. Guijarro, G. Rivero y M. C. Sánchez. Magnetic domains in multilayered Co-P alloys. *J. Phys. D: Appl. Phys*, 15:145–152, 1982.
- [73] E. M. Gyorgy. *Metallic Glasses*. Metals Park, OH, 1976. pag.275.
- [74] D. Ciudad, J. L. Prieto, I. Lucas, C. Aroca y P. Sánchez. Optimization of magnetic properties of electrodeposited CoP multilayers for sensor applications. *J. Appl. Phys*, 101:043907, 2007.
- [75] A. P. French. *Magnetostriction. Theory and applications of magnetoelasticity*. 1993.
- [76] J. G. Deak, R. H. Koch, G. E. Guthmiller y R. E. Fontana. Dynamic calculation of the responsivity of monodomain fluxgate magnetometers. *IEEE. Trans. Magn*, 36(4-2):2052–2056, 2000.
- [77] J. R. Burger. Theoretical output of a ring core fluxgate sensor. *IEEE Trans. Magn*, MAG-8:791–796, 1972.
- [78] S. V. Marshall. An analytical model for the fluxgate magnetometer. *IEEE Trans. Magn*, MAG-3(3):459–463, 1967.
- [79] F. Primdhal. Temperature compensation of fluxgate magnetometers. *IEEE Trans. Magn*, MAG-6(4):819–822, 1970.
- [80] D. I. Gordon. Recent advances in fluxgate magnetometry. *IEEE Trans. Magn*, MAG-8(1):76–82, 1972.

- [81] D. I. Gordon, R. H. Lundsten y R. A. Chiarodo. Demagnetization effect in closed-core magnetometers. *IEEE Trans. Magn*, MAG-2(4):773–774, 1966.
- [82] F. Primdahl, P. Brauer, J. M. G. Merayo y O. V. Nielsen. The fluxgate ring-core internal field. *Meas. Sci. Technol*, 13:1248–1258, 2002.
- [83] L. V Panina y K. Mohri. Magneto-impedance in multilayer films. *Sens. Actuators. A*, 81:71–77, 2000.
- [84] J. M. Barandiarán, A. García-Arribas, J. L. Muñoz y G. V. Kurlyandskaya. Influence of magnetization processes and device geometry on the GMI effect. *IEEE. Trans. Magn*, 38(5):3051–3056, 2002.
- [85] P. Ripka. Review of fluxgate sensors. *Sens. Actuators. A*, 33:129–141, 1992.
- [86] P. Ripka. Advances in fluxgate sensors. *Sens. Actuators. A*, 106:8–14, 2003.
- [87] P. J. Flanders. An alternating-gradient magnetometer. *J. Appl. Phys*, 63:3940–3945, 1988.
- [88] S. Foner. The vibrating sample magnetometer. *J. Appl. Phys*, 79:4740–4745, 1996.
- [89] H. J. Hugh, B. Stiefel, P. J. A. van Schendel, A. Moser, S. Martin y H. J. Güntherodt. A low temperature ultrahigh vacuum scanning force microscope. *Rev. Sci. Instrum*, 70:563–566, 1999.
- [90] S. Vijendran, H. Sykulska y W. T. Pike. AFM investigation of martian soil simulants on micromachined Si substrates. *Journal of Microscopy*, 227:236–245, 2007.
- [91] <http://phoenix.lpl.arizona.edu/>.
- [92] Bartington Instruments. Grad601 Single axis Magnetic Gradiometer, <http://www.bartington.com/products/Grad601singleaxisgradiometer.cfm>.
- [93] P. Karp y D. Duret. Unidirectional magnetic gradiometer. *J. App. Phys*, 51(3):1267–1272, 1979.
- [94] A. C. Bruno, P. Costa Ribeiro, J. P. von der Weid y O. G. Symko. Discrete spatial filtering with SQUID gradiometers in biomagnetism. *J. App. Phys*, 459(7):2584–2589, 1986.
- [95] C. S. Kang, Y. H. Lee, K. K. Yu, H. Kwon, J. M. Kim, K. Kim, H. K. Kim, H. K. Lim, Y. K. Park y S. G. Lee. Measurement of MCG in unshielded environment using second-order SQUID gradiometer. *IEEE. Trans. Magn*, 45(6):2882–2885, 2009.

- [96] C. Granata, A. Vettoliere, C. Nappi, M. Lisitskiy y M. Russo. Long baseline planar superconducting gradiometer for biomagnetic imaging. *App. Phys. Lett*, 95(042502):1–3, 2009.
- [97] V. Neu, U. Hannemann, S. Fähler, B. Holzapfel y L. Schultz. Effect of rare earth content on microstructure and magnetic properties of SmCo and NdFeB thin films. *J. Appl. Phys*, 91(10):8180–8182, 2002.
- [98] E. Pina, F. J. Palomares, M.A. García, F. Cebollada, A. de Hoyos, J. J. Romero, A. Hernando y J.M. González. Coercivity in SmCo hard magnetic films for MEMS applications. *J. Magn. Magn. Mater*, 290-291:1234–1236, 2005.
- [99] Akimitsu Morisako y Xiaoxi Liu. Sm-Co and Nd-Fe-B thin films with perpendicular anisotropy for high-density magnetic recording media. *J. Magn. Magn. Mater*, 304:46–50, 2006.
- [100] A. Morisako, I. Kato, S. Takei y X.Liu. Sm-Co films for high density magnetic recording media. *J. Magn. Magn. Mater*, 303:e274–e276, 2006.
- [101] V. Neu y S.A. Shaheen. Sputtered Sm-Co films: Microstructure and magnetic properties. *J. Appl. Phys*, 86(12):7006–7009, 1999.
- [102] A. Singh, V. Neu, S. Fähler, L. Schultz y B. Holzapfel. Effect of composition on phase formation and magnetic properties of highly coercive Sm-Co films. *J. Magn. Magn. Mater*, 290-291:1259–1262, 2005.
- [103] A. Singh, R. Tamm, V. Neu, S. Fähler, C-G. Oertel, W. Strotzky, L. Schultz y B. Holzapfel. Epitaxial growth of highly coercive Sm-Co thin films using pulsed laser deposition. *J. Appl. Phys*, 97:093902, 2005.
- [104] M. De Graef y M. E. McHenry. *The Structure of the Materials*. 2008. pags. 601-635.
- [105] L. Cataldo, A. Lefevre, F. Ducret, M. Th. Cohen-Adad, C. Allibert y N. Valignant. Binary system Sm-Co: revision of the phase diagram in the Co rich field. *Journal of Alloys and Compounds*, 241:216–223, 1996.
- [106] Y. Liu, R. W. Robertson, Z.S. Shan, S. Malhotra, M. J. Yu, S.K. Renukunta, S. H. Liou y D. J. Sellmyer. Nanostructures of Sm-Co on Cr thin films. *IEEE. Trans. Magn*, 30(6):4035–4037, 1994.
- [107] Shigeto Takei, Akimitsu Morisako y Mitsunori Matsumoto. Effect of underlayer thickness on magnetic properties of SmCo film. *J. Appl. Phys*, 87(9):6968–6970, 2000.
- [108] Isamu Kato, Shigeto Takei, Xiaoxi Liu y Akimitsu Morisako. The effect of underlayers for SmCo₅ thin films with perpendicular magnetic anisotropy. *IEEE. Trans. Magn*, 42(10):2366–2368, 2006.

- [109] Junichi Sayama, Toru Asahi, Kazuki Mizutani y Tetsuya Osaka. Newly developed SmCo_5 thin film with perpendicular magnetic anisotropy. *J. Phys. D: App. Phys*, 37:L1–L4, 2004.
- [110] J. Zhang, Y. K. Takahashi, R. Gopalan y K. Hono. Microstructures and coercivities of SmCo_x and $\text{Sm}(\text{Co,Cu})_5$ films prepared by magnetron sputtering. *J. Magn. Magn. Mater*, 310:1–7, 2007.
- [111] J. J. Romero, F. J. Palomares, F. Pigazo, R. Cuadrado, F. Cebollada, A. Hernando y J. M. González. Crystallization and magnetic hardening of SmCo thin films. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 353:786–789, 2007.
- [112] Shi-Kun Chen, G. Y. Wu, Jai-Lin Tsai y Tsung-Shune Chin. Effect of Cr underlayer on microstructure and magnetic properties of $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$. *IEEE. Trans. Magn*, 37(4):2593–2595, 2001.
- [113] E. Durand. *Magnétostatique*. 1968. pags. 35-37.
- [114] C. Prelle, F. Lamarque y P. Revel. Reflective optical sensor for long-range and high-resolution displacements. *Sensors and Actuators A*, 127:139–146, 2006.
- [115] T. Oiwei y H. Nishitan. Three-dimensional touch probe using three fibre optic displacement sensors. *Meas. Sci. Technol*, 15:84–90, 2004.
- [116] C. A. Grimes, K. G. Ong, K. Loiselle, P. G. Stoianov, D. Kouzoudis, Y. Liu, C. Tong y F. Tefiku. Magnetoelastic sensors for remote query environmental monitoring. *Smart. Mater. Struct*, 8:639–646, 1999.
- [117] D. Kouzoudis y C. A. Grimes. The frequency response of magnetoelastic sensors to stress and atmospheric pressure. *Smart. Mater. Struct*, 9:885–889, 2000.
- [118] E. Defay, C. Millon, C. Malhaire y D. Barbier. Pzt thin films integration for the realization of a high sensitivity pressure microsensor based on a vibrating membrane. *Sens. Actuators. A*, 99:64–67, 2002.
- [119] J. C. Slater y N.H. Frank. *Mechanics*. McGraw-Hill, NY, 1947.
- [120] A. P. French. *Vibraciones y ondas*. Massachusetts Institute of Technology. MIT, 1997.
- [121] Singiresu S. Rao. *Mechanical vibrations*. Upper Saddle River, New Jersey 07458, 2004.
- [122] Thanassis Speliotis y Dimitris Niarchos. Microstructure and magnetic properties of SmCo films. *J. Magn. Magn. Mater*, 290-291:1195–1197, 2005.

Publicaciones, Patente y Congresos

Publicaciones

1. I. Lucas, L. Pérez, C. Aroca, P. Sánchez, C. Aroca, E. López y M. C. Sánchez, *Magnetic properties of CoP alloys electrodeposited at room temperature*. J. Magn. Magn. Mater. 290-291 (2005) 1513-1516.
2. L. Pérez, I. Lucas, C. Aroca, P. Sánchez y M. C. Sánchez, *Analytical model for the sensitivity of a toroidal fluxgate sensor*. Sensors and Actuators A. 130-131 (2006) 142-146.
3. I. Lucas, L. Pérez, M. Plaza, O. de Abril y M.C. Sánchez, *Pinning field and coercivity in CoP alloys*. J. Magn. Magn. Mater. 316 (2007) 462-464.
4. D. Ciudad, J. L. Prieto, I. Lucas, C. Aroca y P. Sánchez, *Optimization of magnetic properties of electrodeposited CoP multilayers for sensors applications*, J. Appl. Phys. 101(4) (2007) 043907.
5. I. Lucas, M. D. Michelena, R. P. del Real, V. de Manuel, J. A. Plaza, M. Duch, J. Esteve y H. Guerrero, *A New Single-Sensor Magnetic Field Gradiometer*. Sensor Lett. 7 (4) (2009) 1-8.
6. H. Campanella, R. P. del Real, V. de Manuel, M. D. Michelena, M. Duch, I. Lucas, H. Guerrero, J. Esteve y J. A. Plaza, *MEMS Gradiometer with Optical Detection system*. Enviado a Journal of Micromechanics and Microengineering en mayo de 2009.
7. I. Lucas, R. P. del Real, M. D. Michelena, V. de Manuel, M. Duch, J. Esteve, H. Guerrero y J. A. Plaza, *Resonance frequency dependence on out-of-plane forces applied in square silicon membranes*. Enviado a Journal of Micromechanics and Microengineering en septiembre de 2009.

Patente

Autores: R.P. del Real, M.D. Michelena, H. Guerrero, I. Arruego, I. Lucas, V. de Manuel

Título: *Material's magnetic gradient and/or magnetic susceptibility measuring method, involves securely fastening magnetically hard material to vibrating element, and measuring frequency, phase or amplitude variations.*

Número de Patente: WO2008145794-A1

Contribuciones a Congresos

1. Joint European Magnetic Symposium. JEMS'04, Dresden (Germany), 05-10 de septiembre de 2004.

- POSTER. I. Lucas, L. Perez, C. Aroca, E. López, P. Sánchez and M.C. Sánchez. *Magnetic Properties of CoP alloys electrodeposited at room temperature.*

2. III Reunión Nacional de Física del Estado Sólido, Donostia- San Sebastián (España), 2-4 de junio de 2004.

- POSTER. I. Lucas, L. Perez, C. Aroca, E. López, P. Sánchez and M.C. Sánchez. *Propiedades magnéticas de aleaciones de CoP electrodepositadas a temperatura ambiente.*

3. Joint European Magnetic Symposium. JEMS'06, San Sebastián (Spain), 26-30 de junio de 2006.

- ORAL. I. Lucas, L. Perez, M. Plaza, O. de Abril and M.C. Sánchez. *Pinning field and coercivity in CoP alloys.*

4. Internacional Magnetic Conference. INTERMAG 08, Madrid (Spain), 4-8 de mayo de 2008.

- ORAL. I. Lucas, M.Maicas, L. Perez, and M.D. Michelena. *Magnetic Properties of Sm₂Co₁₇ and Sm₂Co₇ sputtered and post-annelaed thin films. Effect of Mo underlayer.*
- ORAL. V. de Manuel, R.del Real, M.D. Michelena, I. Arruego. I. Lucas and H. Guerrero. *Optical Technique for measuring magnetic MEMS vibrations.*